



# Endommagement dans les alliages AlSi12 pour moteurs automobiles : Observations in situ et modélisation micromécanique

Aly Tireira

## ► To cite this version:

Aly Tireira. Endommagement dans les alliages AlSi12 pour moteurs automobiles : Observations in situ et modélisation micromécanique. Autre. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2015. Français. NNT : 2015EMSE0780 . tel-01229379

**HAL Id: tel-01229379**

**<https://theses.hal.science/tel-01229379>**

Submitted on 16 Nov 2015

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

NNT: 2015 EMSE 0780

# THÈSE

Pour l'obtention du grade de

## DOCTEUR DE L'ÉCOLE DES MINES DE SAINT ÉTIENNE

Département science des matériaux et des structures

ÉCOLE DOCTORALE GÉNIE DES MATERIAUX

PROPRIÉTÉ MÉCANIQUE ET MICROSTRUCTURE : MILIEUX HÉTÉROGÈNES,  
CARACTÉRISATION ET SIMULATION

Présentée par

**TIREIRA Aly**

---

### Endommagement dans les alliages AlSi12 pour moteurs automobiles : Observations *in situ* et modélisation micromécanique

---

Directeur de thèse : M. KLÖCKER Helmut

Co-direction : M. BORBELY Andras

Soutenue le 25 Mars 2015  
Devant la Commission d'Examen

### JURY

M. ROUX Stéphane	ENS Cachan	Rapporteur
M. BUFFIÈRE Jean-Yves	INSA Lyon	Rapporteur
M. BORNERT Michel	Ecole Nationale Supérieure des Ponts et Chaussées	Examineur
M. CAILLETAUD Georges	Ecole des Mines de Paris	Président
M. REQUENA Guillermo	German Aerospace Center	Examineur









---

## Résumé

Cette thèse s'intéresse aux mécanismes de déformations et d'endommagement dans les alliages de coulée pour l'industrie automobile. Les études ont porté sur un alliage modèle contenant 12% de silicium et des éléments d'addition. Il a été fabriqué par le procédé squeeze-casting (coulée sous haute pression) au LKR de l'Université Technologique de Vienne avec laquelle cette thèse s'est déroulée en collaboration. Des essais de traction *in situ* dans le MEB ainsi que sous tomographie aux rayons X ont permis de suivre l'évolution des microstructures pendant le chargement. Une attention particulière a été portée sur les mécanismes d'initiation et de propagation de l'endommagement. Par ailleurs la technique de la corrélation d'images numérique 2D spécialement développée pour être appliquée à des images MEB a été utilisée pour mesurer les mécanismes d'endommagement à l'échelle des inclusions. Une attention particulière est portée sur les mécanismes de localisation de la déformation. La corrélation d'images numériques 3D appliquée aux images tomographiques a permis une mesure précise de l'évolution de l'endommagement au cours du chargement. Les données expérimentales obtenues ont permis d'adapter un modèle d'endommagement de type GTN. Une dernière étape s'est consacrée à une modélisation micro mécanique des microstructures. Des méthodes de caractérisations basées sur des hypothèses statistiques ont permis de mesurer et d'identifier des paramètres microstructuraux. Au regard des mécanismes de déformations et de la morphologie des particules de seconde phases, des microstructures modèles sont proposées pour simuler le comportement du matériau réel. Cette démarche servant essentiellement à simplifier les modèles éléments finis afin de gagner en temps de calcul, elle sert aussi à insérer des mécanismes complexes afin de se rapprocher le plus possible du comportement réel du matériau.

---

## Abstract

This thesis focuses on the mechanisms of deformation and damage in cast aluminum alloys for automotive industry. Studies were carried on a model alloy containing 12% silicon and added element like iron and nickel. The material was prepared by squeeze-casting process at the Vienna University of Technology in Austria with which this thesis was held in collaboration. *In situ* tensile test with X-rays tomographic observations as well as with Scanning Electron Microscope observations were performed. They allowed following microstructure evolution under mechanical loading. Particular attention was paid to the mechanisms of initiation and propagation of damage. Furthermore the technic of Digital Image Correlation (DIC) developed to be applied to SEM images was used to visualize 2D strain localization mechanisms at second phases particles scale. DIC were also applied on tomographic images and allowed to measure accurately in 3D damage evolution under loading. Experimental data obtained from DIC were used to identify parameters of a Gurson Tvergaard Needleman model and allow to simulate by Finite Element Modeling the damage evolution. At last stages micro mechanical studies were performed by FEM using microstructure obtained from tomographic images. Algorithms were developed to measure and identify statistics parameters of the microstructure. In consideration of the mechanism of deformations and second phase particles morphology, generated microstructures are proposed to simulate the behavior of the material. This approach aims to simplify the FEM models by reducing the number of degree of Freedom and, then reduce computation time. It also enables to insert complex mechanisms in the model to be as close as possible the actual behavior of the material.

A Oumou Danko Diagana.

A Mr Komlagan.

*Rien ne rime, mais tout dépend de l'esprit dans lequel on l'accomplit.*

*Camara Laye.*

## Remerciement

Mes premières pensées en écrivant ces quelques lignes vont certainement et naturellement à mes deux directeurs de thèse H. Klocker et A. Borbely. Je vous remercie beaucoup pour la confiance et la patience que vous m'avez accordées. En plus du suivi rigoureux de mon travail, vous m'avez soutenu moralement, et m'avez encouragé à continuer même lorsque je trouvais le tunnel long et sans issue.

Je remercie ensuite les membres de mon jury thèse. Je remercie Guillermo Requena qui a présidé le jury mais qui a aussi suivi avec attention le travail réalisé au cours de ces trois années. Je remercie mes deux rapporteurs de thèse Jean-Yves Buffière et Stéphane Roux pour avoir accepté de relire ma thèse et d'avoir apporté leurs critiques. Je remercie mes deux examiteurs, Michel Bornert et Georges Cailletaud, pour avoir pris le temps de lire ma thèse et d'avoir apporté leurs points de vue lors de la soutenance de thèse.

Je n'oublierai jamais les nombreuses expériences au Microscope Electronique à Balayage. C'est pourquoi je ne peux continuer plus loin sans remercier Sergio et Marilyne qui m'ont fait part de leur disponibilité et d'une grande pédagogie lors des sessions de formation. Vous avez beaucoup contribué au bon déroulement de cette thèse, mille mercis. Je remercie Nicola Moulin pour son aide précieux concernant l'utilisation du cluster et de Zebulon. Je remercie Thierry et Olivier pour leur disponibilité.

Je remercie les professeurs du département PMM : Claire, Julian, Romain, Guillaume, David, Christophe qui au cours de ces années m'ont donné des conseils précieux. Des conseils qui ont contribué grandement à l'avancement de mes travaux. Je remercie également Jerome Molimard pour ses conseils d'un très grand aide notamment sur la corrélation d'images numériques.

Je remercie les doctorants du K4, au moment où j'écris ces lignes beaucoup d'entre vous volent vers de nouveaux horizons. Que de bons moments passés en votre compagnie, je vous souhaite le meilleur pour la suite. Je vous dis grand merci Nathalia, Fiona, My Thu, Ramin, Vincent, Flavien, Patrizia, Monica, Tanguy, Etienne, Robin, Adish, Krzysztof, Alix, Ameth, Mélanie, Fred, Diego, Amèvi, Grégoire, Lisa, Jessica, Jean-Gabriel, David, Michal, Esther et je finis naturellement par les meilleurs co-bureau de l'univers à savoir Loïc et Amélie.

Merci aussi à ceux que j'ai connu à travers l'ASEC. Je vous souhaite le meilleur dans vos futurs carrières, merci Fiona, Clotilde, Andréa, Agathe, Laura, Maxym, Franck, Jules, Olivier, Antoine, Aurélien et Aurélien, Giacomo, Binh Minh, Alexia, Tanguy, Pauline, Marine, Estelle ... je n'oublierai jamais ces soirées, ces week-end passés en votre compagnie.

Bamba, Samballa, Saidou, Nader, Birane, Cedric, Brahim, Kebir, Fousseynou, Barro, Thierno, Amina, Raki, Fatou ... je résume par les rustiques, je ne me rappelle même plus depuis quand

nous faisons route ensemble. Ça a dû certainement commencer dans le berceau. Merci à vous d'avoir été présent toujours.

Mes pensées vont maintenant aux membres de ma famille, ils n'ont pas directement influencé le déroulement de cette thèse mais je ne serai certainement pas arrivé au bout sans eux. Merci à mon grand-père Daouda Cisse du haut de ses 86 ans, un passionné de la faune sauvage. Je lui dois certes ma grande culture générale sur les oiseaux mais surtout des traits de caractère comme la persévérance. Des mots ne suffiraient pas à remercier et à dire ma gratitude à mes parents. Je ne peux faire qu'une tentative en disant infiniment merci Papa et Maman. Je remercie tanti Mama, tanti Counda, tata Aline, Tonton Ousmane et tonton Ibou pour leurs encouragements le jour de la soutenance. A mes frères, Moussa et Moussa, Daouda, Diapakha, Amar, Tidjane, Seydina, Yves, Niouma et Niouma, Seta, Mama, Mame Al hadji, Mohamed ... merci du fond du coeur.

---

# Table des matières

<b>Table des figures</b>	<b>xiii</b>
<b>Liste des tableaux</b>	<b>xxv</b>
<b>Introduction générale</b>	<b>1</b>
<b>I MATÉRIAUX ET CONTEXTE INDUSTRIEL</b>	<b>5</b>
1 Introduction . . . . .	5
2 Les alliages d'aluminium dans l'industrie automobile . . . . .	5
2.1 Les propriétés requises . . . . .	5
3 Microstructure des alliages de coulée pour moteurs automobiles . . . . .	7
3.1 Structure globale . . . . .	7
3.2 Les éléments d'addition et les différentes phases durcissantes . . . . .	9
3.3 Effet des traitements thermiques . . . . .	12
3.4 Morphologie des particules de secondes phases . . . . .	15
3.5 Mécanismes d'endommagement sous compression . . . . .	17
4 Matériau de l'étude : l'alliage AlSi12Ni . . . . .	19
4.1 Origine . . . . .	19
4.2 Composition chimique et les différentes phases . . . . .	20
4.3 Caractérisation microstructurale et mécanique. . . . .	23
4.3.1 Caractérisation en tomographie aux rayons X . . . . .	23
4.3.2 Segmentation des images et reconstruction de la microstructure	24
4.3.3 Propriétés élastiques des différentes phases . . . . .	28



4.3.4	Comportement mécanique macroscopique du matériau . . . . .	28
5	Résumé . . . . .	31
<b>II IDENTIFICATION DES MECANISMES D'ENDOMMAGEMENT ET DE RUPTURE</b>		<b>33</b>
1	Introduction . . . . .	33
2	Essai <i>in situ</i> au microscope électronique à balayage . . . . .	33
2.1	Initiation de l'endommagement de surface . . . . .	34
2.2	Propagation de fissure en surface . . . . .	38
2.3	Résumé des mécanismes d'endommagement de surface . . . . .	41
3	Essai <i>in situ</i> en tomographie aux rayons X à l'ESRF . . . . .	41
3.1	Suivi de l'évolution de la microstructure pendant la traction . . . . .	43
3.1.1	L'intercorrélation : notions de base et mise en œuvre . . . . .	44
3.1.2	Recherche de ressemblance d'images dans les séquences temporelles : Application à un essai insitu . . . . .	44
3.1.3	Identification d'un volume élémentaire représentatif (VER) : . .	46
3.1.4	Répartition volumique et numérique des particules intermétalliques . . . . .	47
3.2	Rupture des particules intermétalliques . . . . .	50
3.2.1	Principe de la superposition des volumes homologues . . . . .	50
3.2.2	Algorithme pour décrire la rupture des particules intermétalliques . . . . .	51
3.2.3	Résultats . . . . .	55
3.3	Mécanisme 3D de l'évolution de la porosité . . . . .	59
3.3.1	Histoire de formation d'une cavité individuelle . . . . .	59
3.3.2	Quantification de l'endommagement dans la région proche de l'entaille . . . . .	63
3.3.3	Caractérisation morphologique 3D des cavités . . . . .	64
3.3.4	Observation 3D de la formation d'une fissure . . . . .	66
4	Conclusion . . . . .	68
<b>III MECANISMES DE DEFORMATION ET MODELISATION NUMERIQUE DE L'ENDOMMAGEMENT</b>		<b>69</b>
1	Introduction . . . . .	69
2	Mesure de champs 2D par corrélation d'images numériques . . . . .	69

2.0.5	Instabilité d'imagerie au MEB . . . . .	70
2.0.6	Formulation mathématique du problème de corrélation 2D . . .	71
2.1	Champs de déplacements . . . . .	75
2.1.1	Traitement d'images et incertitudes sur les champs de déplacements . . . . .	75
2.1.2	Résultats . . . . .	79
2.2	Calcul des champs de déformation . . . . .	82
2.2.1	Méthodes . . . . .	83
2.2.2	Analyses des champs de déformation . . . . .	84
3	Mesures de champs 3D . . . . .	88
3.1	Formulation mathématique du problème de corrélation 3D . . . . .	88
3.1.1	Coefficient de corrélation . . . . .	89
3.1.2	Procédure de minimisation et précision subvoxel . . . . .	89
3.2	Champs de déplacement 3D . . . . .	90
3.3	Calcul des déformations . . . . .	93
4	Mesures de l'endommagement . . . . .	95
4.1	Principe . . . . .	95
4.2	Comparaison des mesures de l'endommagement 3D et 2D . . . . .	97
5	Modélisation de l'endommagement . . . . .	106
5.1	Introduction . . . . .	106
5.2	Estimation de la triaxialité dans la région de l'entaille . . . . .	106
5.3	Identification des paramètres du modèle GTN . . . . .	112
5.4	Modèles pour décrire l'endommagement de matériaux ductiles à deux populations de cavités . . . . .	118
6	Conclusion . . . . .	123

## IV CARACTERISATION ET MODELISATION DE LA MICROSTRUCTURE 125

1	Introduction . . . . .	125
2	Influence de la répartition spatiale des particules intermétalliques . . . . .	125
2.1	Modélisation éléments finis à l'échelle de la microstructure . . . . .	126
2.1.1	Méthodes de maillage . . . . .	126
2.1.2	Maillages . . . . .	127
2.1.3	Identification du comportement de la matrice . . . . .	131
2.1.4	Analyses des champs locaux . . . . .	135
2.1.5	Calcul des propriétés apparentes et effectives . . . . .	139

2.2	VER et évolution de l'endommagement . . . . .	141
2.2.1	Résultats de corrélation d'images . . . . .	141
3	Morphologie et caractérisation spatiale de la microstructure. . . . .	143
3.1	Endommagement ductile et répartition spatiale des inclusions . . . . .	143
3.2	Squelettisation des particules intermétalliques . . . . .	144
3.2.1	Paramètres microstructuraux obtenus à partir du squelette . . .	148
3.3	Caractérisation topologique et spatiale des particules intermétalliques . .	151
3.3.1	La classification hiérarchique . . . . .	152
3.3.2	Principes de l'algorithme classification . . . . .	153
3.3.3	Quelques cas test . . . . .	158
3.3.4	Principe de l'application aux particules intermétalliques . . . .	161
3.3.5	Mise en œuvre dans le cas d'une particule simple . . . . .	162
3.3.6	Identification de paramètres microstructuraux . . . . .	166
4	Génération de microstructures modèles . . . . .	174
4.1	Paramètres retenus . . . . .	174
4.2	Description de l'algorithme de génération de microstructures modèles . .	175
4.3	Validation du modèle morphologique. . . . .	179
4.3.1	Effet de la variation d'épaisseur sur le comportement effectif . .	179
4.3.2	Comparaison du comportement mécanique de la particule mo- dèle générée et particule réelle . . . . .	182
5	Identification d'une loi de comportement pour les cellules . . . . .	186
5.1	Stratégie de calcul . . . . .	186
5.2	Identification des paramètres . . . . .	188
6	Comparaison des mécanismes de déformation entre microstructure modèle et réelle	191
6.0.1	Maillage . . . . .	191
6.0.2	Première comparaison entre microstructure modèle et réelle . .	193
7	Conclusion . . . . .	197
<b>Conclusion générale et perspectives</b>		<b>199</b>
<b>Références bibliographiques</b>		<b>203</b>
<b>Annexe 1 : Méthodes de caractérisation</b>		<b>217</b>
1	Caractérisation par tomographie aux rayons X . . . . .	217
2	Orientation cristalline par EBSD . . . . .	218
3	Nanoindentation . . . . .	220

4	Moyens d'essais mécanique . . . . .	223
<b>Annexe 2 : Moyens de caractérisation <i>in situ</i></b>		<b>225</b>
5	Essai <i>in situ</i> au microscope électronique à balayage . . . . .	225
6	Essai <i>in situ</i> en tomographie aux rayons X à l'ESRF . . . . .	227
6.1	Description de l'expérience . . . . .	227
6.1.1	L'échantillon . . . . .	227
6.1.2	La tomographie sur la ligne ID15 ESRF . . . . .	227
6.1.3	La machine de traction . . . . .	227
<b>Annexe 3 : Elément de bibliographie sur l'endommagement des matériaux ductiles</b>		<b>231</b>
7	Modèles non couplés d'endommagement des matériaux ductiles . . . . .	231
8	Modèles couplés d'endommagement des matériaux ductiles : le modèle de Gurson	233
9	Le modèle de Gurson modifié : GTN . . . . .	234
10	Effet de forme des cavités sur l'endommagement . . . . .	236
<b>Annexe 4 : Homogénéisation en mécanique des milieux continus</b>		<b>239</b>
11	Homogénéisation numérique dans la littérature . . . . .	239
12	Les conditions aux limites dans les méthodes numériques . . . . .	240
12.1	Elasticité . . . . .	240
12.2	Plasticité . . . . .	241
13	Homogénéisation analytiques dans la littérature . . . . .	242
14	Estimation des propriétés en élasticité linéaire . . . . .	242
14.1	Estimation par bornes du premier ordre . . . . .	243
14.2	Estimation par bornes du second ordre . . . . .	244
15	Estimation des propriétés en non linéaire : plasticité . . . . .	245

## Table des figures

---

---

## Table des figures

I.1	Diagramme de phase du système Aluminium- Silicium[73] . . . . .	7
I.2	Tomographie <i>in situ</i> lors de la solidification d'un alliage d'aluminium[150] . .	8
I.3	Les différentes classes d'alliages de fonderie avec différentes concentrations de silicium [73] . . . . .	9
I.4	Résultats de nanoindentation [32] . . . . .	11
I.5	Rupture d'un intermétallique $\alpha$ -AlFeMnSi après nanoindentation à 350 ° C [32]	12
I.6	évolution schématique de la dureté et de la résistance mécanique d'un alliage à durcissement structural pendant le vieillissement[142] : <i>Un traitement de revenu thermique à température modérée (100-300 ° C), conduit à un maximum de durcissement par apparition de phases métastables réparties de manière homogène dans les grains. Si le temps de maintien du revenu est trop long, la dureté diminue progressivement : on parle de sur-revenu.</i> . . . . .	13
I.7	Influence du traitement thermique de sphéroidisation sur la forme des particules de silicium et intermétalliques [6] : (a) microstructure de l'alliage AlSi12 non et (b) traité thermiquement, (c) microstructure de l'alliage AlSi12Ni non et (d) traité thermiquement . . . . .	14
I.8	Effet du traitement thermique sur le comportement en fluage de l'alliage AlSi12CuMgNi [7] . . . . .	15
I.9	Observation des particules de silicium au microscope électronique après dissolution sélective [48]. . . . .	16
I.10	Observation d'un amas de particules intermétalliques avec leurs compositions chimiques respectives[101] . . . . .	17

I.11	Observation par tomographie aux rayons X de la morphologie des intermétalliques dans un alliage d'aluminium pour les têtes de pistons [5] . . . . .	17
I.12	Observation par tomographie aux rayons X après essai de compression[4] . . .	18
I.13	Quantification de la fraction volumique de vides après compression de 45% [4]	19
I.14	Technique de la coulée sous pression (squeeze-casting)[56] . . . . .	20
I.15	Effet du traitement thermique . . . . .	21
I.16	Observation d'un intermétallique à fort grossissement . . . . .	22
I.17	Composition chimique des intermétalliques dans l'alliage AlSi12Ni [7] . . . . .	22
I.18	Reconstruction par tomographie aux rayons X de la microstructure (ID19 ESRF) 1 voxel = $0.3 \mu m$ . . . . .	24
I.19	algorithme de segmentation des images . . . . .	25
I.20	Volumes après opération de segmentation - 1 voxel = $0.3 \mu m$ . . . . .	26
I.21	Observation 3D des secondes phases (ID19 ESRF) après traitement thermique de sphéroidisation - 1 voxel = $0.3 \mu m$ . . . . .	27
I.22	Résultats essai de compression . . . . .	29
I.23	Comparaison essai de traction essai de compression . . . . .	30
II.1	Exemple de courbe force déplacement obtenue après traction <i>in situ</i> sur une éprouvette entaillée : <i>Les pics de décharges correspondent aux instants d'acquisition des images</i> . . . . .	34
II.2	Germination d'une cavité par rupture d'une particule intermétallique en début d'essai : <i>Eprouvette non traitée thermiquement</i> . . . . .	36
II.3	Germination d'une cavité par rupture d'une particule intermétallique en début d'essai : <i>Eprouvette préalablement mise en solution</i> . . . . .	36
II.4	Germination d'une cavité par décohésion autour d'une particule de silicium en début d'essai : <i>Eprouvette préalablement mise en solution</i> . . . . .	37
II.5	Germination d'une cavité par rupture d'un intermétallique en début d'essai : <i>On observe ici une cavité qui s'est initialement créée par la rupture d'un intermétallique puis s'est légèrement propagée aux environs notamment par décohésion d'une particule de silicium</i> . . . . .	37
II.6	Propagation d'une fissure à travers la zone eutectique : <i>Eprouvette préalablement mise en solution</i> . . . . .	38
II.7	Propagation d'une fissure au voisinage d'une particule de silicium . . . . .	39
II.8	Visualisation de l'arrêt d'une fissure par un réseau de particules de silicium . .	40
II.9	Résumé des mécanismes d'endommagement dans l'alliage AlSi12Ni . . . . .	41

II.10	Courbe force déplacement obtenue à partir de l'essai de traction : <i>la courbe en bleu représente la courbe force déplacement de l'éprouvette dans les conditions de coulée et la rouge celui qui a été mis en solution</i> . . . . .	42
II.11	Microstructure de l'alliage après reconstruction : <i>l'image est ici codée en 16 bits. Particules intermétalliques en blanc, matrice en gris. 1 voxel = <math>(1.4)^3 \mu m^3</math></i> . . . . .	43
II.12	Principe de la recherche du volume correspondant lors de la traction <i>in situ</i> . . . . .	45
II.13	Evolution du coefficient d'intercorrélation maximum R en fonction du temps pour différents volumes choisis dans l'échantillon : <i>la taille de chacune des volumes fait <math>(150 \times 150 \times 150) \mu m^3</math></i> . . . . .	46
II.14	Identification d'un VER : (a) <i>Evolution de la fraction volumique notée f en fonction de la taille du volume d'évaluation noté ROI pour différentes régions</i> (b) <i>évolution de l'écart-type normalisé <math>\sigma</math> par la moyenne en fonction de l'évolution de la taille du volume d'évaluation.</i> . . . . .	48
II.15	Répartition numérique des particules intermétalliques . . . . .	49
II.16	Répartition volumique des particules intermétalliques . . . . .	50
II.17	Exemple de superposition de deux volumes retrouvés à deux états successifs : <i>Avant la superposition les deux volumes sont d'abord segmentés. Ensuite une opération d'intersection est réalisée. Les zones apparaissant en rouge (label 3) sont les particules à l'état <math>i + 1</math>. Les zones en bleu clair (label 1) sont les particules à l'état <math>i</math>. Les zones en jaune (label 2) sont les intersections entre <math>i</math> et <math>i + 1</math></i> . . . . .	51
II.18	Illustration de deux objets connectés et déconnectés . . . . .	52
II.19	Représentation schématique lors de la superposition de deux volumes : <i>La particule parent est représentée en bleu. Les particules enfants après déformation en rouge. En jaune l'intersection entre les particules enfants et parents.</i> . . . .	53
II.20	schémas logique d'algorithme de généalogie d'objets . . . . .	54
II.21	Exemple 1 de l'historique de rupture d'une particule . . . . .	56
II.22	Exemple 2 de l'historique de rupture d'une particule . . . . .	57
II.23	Evolution de la particule au cours du temps : <i>En bleu le nombre d'enfants de la particule en fonction du chargement (<math>Force(N)</math>). Et en rouge le volume normalisé de la plus grande particule enfant en fonction du chargement.</i> . . . .	58
II.24	Evolution du nombre total de particules dans le volume considéré : <i>L'augmentation du nombre total de particules rend compte de l'endommagement.</i> . . . .	58
II.25	Porosités dans une section de l'éprouvette obtenues par tomographie . . . . .	59



II.26	Suivi de l'histoire de la création d'une cavité prise près de l'entaille : 1 voxel = $(1.4 \mu m)^3$ . . . . .	60
II.27	Suivi de l'histoire d'une cavité : Nombre de vides en fonction du chargement (bleu), volume du vide $V_i$ à l'instant $i$ normalisé par son volume final $V_f$ (rouge) . . . . .	61
II.28	Principe de la distinction entre germination et croissance-coalescence . . . . .	62
II.29	Suivi de l'histoire d'une cavité : La courbe bleu représente le nombre de vides en fonction du chargement, la courbe en vert représente le nombre de vides germinées (apparition) à l'instant $i$ en fonction du chargement. . . . .	62
II.30	Vides seuillés en tomographie : L'état de chargement correspond ici à l'instant juste avant la rupture de l'éprouvette . . . . .	63
II.31	Evolution du nombre de vides près de l'entaille : (NVN) représente le nombre de vides nucléés en faisant la différence entre l'instant $i+1$ et $i$ du nombre de vides totaux. (NVNR) représente le nombre de vides nucléés en utilisant l'algorithme de recherche d'objets. (TVN) représente le nombre de vides totaux en fonction du chargement. . . . .	64
II.32	fraction volumique de vides près de l'entaille : (NVVRR) représente la fraction volumique de vides nucléés. (CoVR) représente la fraction volumique de vides qui ont évolués par croissance-coalescence. (VVF) represente la fraction volumique de vides totaux. . . . .	65
II.33	Evolution de la sphéricité en fonction de la taille des vides : . . . . .	65
II.34	Suivi de la formation d'une fissure près de l'entaille . . . . .	67
III.1	Schémas logique de l'algorithme de corrélation d'images numériques. . . . .	74
III.2	Effet de la taille du filtre gaussien sur la microstructure - 1 pixel = $0.3 \mu m$ . . . . .	76
III.3	Évolution l'erreur systématique pour une taille de fenêtre de corrélation de 128x128 pixels : (a) erreur systématique en fonction du déplacement imposé pour différents niveaux de filtrage (b) Erreur systématique maximum mesurée en fonction de l'écart-type du filtre gaussien . . . . .	77
III.4	Évolution de l'erreur aléatoire pour une taille de fenêtre de corrélation de 128x128 pixels : (a) Évolution de l'erreur aléatoire en fonction du déplacement imposé pour différents niveau de filtrage (b) Évolution du maximum de l'erreur aléatoire en fonction de l'écart type du filtre gaussien pour différentes tailles de fenêtre de corrélation . . . . .	78
III.5	Champs de déplacement mesuré en fonction du déplacement imposé - ZOI = 128x128 pixels - 1 pixel = $0.3 \mu m$ . . . . .	80

III.6	Résidus de corrélation en fonction du chargement et de l'écart type du filtre gaussien - ZOI = 128x128 pixels - 1 pixel = $0.3\mu\text{m}$ . . . . .	81
III.7	Procédure d'obtention des champs de déformation par CASTEM2013 . . . . .	84
III.8	Champs de déformation équivalente, 1 pixel = $0.3\mu\text{m}$ : <i>éprouvette non traitée thermiquement</i> . . . . .	85
III.9	Déformation équivalente, 1 pixel = $0.15\mu\text{m}$ : <i>éprouvette non traitée thermique-</i> <i>ment</i> . . . . .	86
III.10	Déformation équivalente, 1 pixel = $0.3\mu\text{m}$ : <i>éprouvette traitée thermiquement</i> .	87
III.11	Observation d'une section d'éprouvette montrant la taille des fenêtres de corrélation ( $32 \times 32 \times 32$ voxels) : <i>Les noeuds du maillage final correspondent aux centres des fenêtres de corrélation.</i> . . . . .	90
III.12	Courbes d'erreur (a) aléatoire et (b) systématique : $u_{x_{err}}, u_{y_{err}}, u_{z_{err}}$ représente les erreurs respectivement selon les axes $x$ et $y$ et $z$ pour les images non filtrées, et $u_{x_{err}f}, u_{y_{err}f}, u_{z_{err}f}$ les erreurs pour les images filtrées . . . . .	91
III.13	Champs de déplacements 3D obtenus par CMV3D dans la région de l'entaille pour un déplacement macroscopique imposé de $U_Z = 370\mu\text{m}$ (fin d'essai) - 1 voxel = $1.4\mu\text{m}$ . . . . .	92
III.14	Champs de déformations équivalentes dans la région de l'entaille correspondant aux trois derniers états de chargement avant la rupture de l'éprouvette : (a) (c) (e) représente toute la région observée et (b) (d) (e) correspondent à observation de la même région avec une coupe à mi-épaisseur - 1 voxel = $1.4\mu\text{m}$ . . . . .	94
III.15	Dilatation moyenne par élément mesurée par corrélation d'images 3D avec CMV3D : La taille de fenêtre de corrélation est de $32 \times 32 \times 32$ voxels - 1 voxel = $1.4\mu\text{m}$ . . . . .	96
III.16	Fraction volumique moyenne par élément de vides mesurée à partir des cavités détectées par segmentation des images tomographiques : Avant dernier état de chargement - La taille d'un élément est de $32 \times 32 \times 32$ voxels - 1 voxel = $1.4\mu\text{m}$ . . . . .	96
III.17	Suivi de l'endommagement au cours de la traction dans la région de l'entaille - 1 pixel = $0.585\mu\text{m}$ . . . . .	98
III.18	Champs de déplacement obtenus par corrélation d'images dans la région de l'entaille - 1 pixel = $0.585\mu\text{m}$ . . . . .	99
III.19	Visualisation 2D des champs de déformation (a) et de dilatation (b) dans la région de l'encoche lors de la traction in situ dans le MEB . . . . .	99

III.20	Évolution de l'endommagement lors de la traction <i>in situ</i> au MEB : (a) représente l'évolution de la déformation équivalente mesurée en fonction de la déformation théorique imposée (en considérant que l'éprouvette est lisse) (b) l'évolution de la trace de la déformation mesurée en fonction de la déformation équivalente mesurée et (c) représente l'évolution théorique de la trace de la déformation plastique cumulée calculée à partir de la porosité mesurée en fonction de la trace de la déformation mesurée. . . . .	101
III.21	Région d'intérêt choisie pour la caractérisation 3D de l'endommagement . . .	102
III.22	Évolution de l'endommagement 3D lors de la traction <i>in situ</i> à l'ESRF : (a) représente l'évolution théorique de la trace de la déformation plastique cumulée calculée à partir de la porosité mesurée en fonction de la déformation équivalente mesurée (b) l'évolution de la trace de la déformation mesurée en fonction de la déformation équivalente mesurée et (c) représente l'évolution de la déformation plastique cumulée calculée à partir de la porosité mesurée en fonction de la trace de la déformation mesurée . . . . .	103
III.23	Évolution de la fraction volumique de vides en fonction de la déformation macroscopique imposée : (All) représente la fraction volumique totale dans la région d'intérêt $f(v > 81 \text{ pixels})$ représente la fraction volumique des cavités dont le volume fait plus 81 pixels 1 pixel = $0.585 \times 0.585 \mu\text{m}^2$ . . . . .	104
III.24	Maillage de la région choisie pour la modélisation par éléments finis : Sur les nœuds des sections Haut et Bas du maillage éléments finis, nous imposons un déplacement selon $U_z$ constant et égale à la moyenne des déplacements mesurés par corrélation d'images sur les sections Haut Bas de la région correspondante.	107
III.25	Champs de déplacement obtenu par modélisation par éléments finis au dernier état de chargement . . . . .	108
III.26	Champs déformation équivalente obtenu par éléments finis dans la région de l'entaille . . . . .	109
III.27	Champs de triaxialité des contrainte . . . . .	110
III.28	Évolution de la triaxialité au cours du temps : (a) régions suivies au cours du temps (b) évolution de la triaxialité moyenne dans la région considérée . . .	111
III.29	Évolution de la triaxialité au cours du temps : (a) régions suivies au cours du temps (b) évolution de la triaxialité moyenne dans la région considérée . . .	111
III.30	Evolution de la fraction volumique de vides nucléés mesurée et simulée en fonction de la déformation imposée . . . . .	113

III.31	Evolution de la loi de croissance mesurée et simulée en fonction de la déformation imposée . . . . .	113
III.32	Courbe contrainte déformation simulée à partir des paramètres identifiés et courbes de traction expérimentales : <i>(Sim)</i> est la courbe obtenue par simulation numérique <i>(Exp1)</i> est la courbe expérimentale obtenue à partir d'un essai de traction sur une éprouvette lisse ayant pour section $3 \times 3 \text{ mm}$ <i>(Exp2 MEB)</i> la courbe expérimentale obtenue à partir d'un essai de traction dans le MEB sur une éprouvette lisse de section $3 \times 1 \text{ mm}$ . . . . .	115
III.33	Schématisation des mécanismes d'endommagement dans une éprouvette lisse et entaillée . . . . .	116
III.34	Relation entre déformation et endommagement simulé par le modèle GTN . .	117
III.35	Principe de l'homogénéisation multiéchelle du modèle GTN . . . . .	118
III.36	Modèle du matériau à deux populations de vides . . . . .	119
III.37	Comparaison des fonctions de charge des modèles MS GUR et PC . . . . .	122
IV.1	Maillage d'un volume élémentaire représentatif ( $308 \times 308 \times 308 \mu\text{m}$ ) . . . . .	129
IV.2	Maillage d'un volume élémentaire représentatif ( $308 \times 308 \times 308 \mu\text{m}$ ) . . . . .	130
IV.3	Déformation $\varepsilon_{33}$ obtenu par éléments finis dans le matériau modèle à 15% de déformation imposée selon l'axe vertical . . . . .	132
IV.4	Contrainte principale maximale dans le matériau modèle à 15% de déformation imposée selon l'axe vertical . . . . .	133
IV.5	Histogramme des contraintes selon l'axe vertical $\sigma_{33}$ dans la particule à 15% de déformation imposée selon l'axe vertical . . . . .	134
IV.6	Comparaison des lois de comportement expérimentale et simulée : <i>(eq)</i> et <i>(rec)</i> représentent le comportement identifié par éléments finis. <i>(exp)</i> est le comportement obtenu par essais de compression . . . . .	135
IV.7	Maillage initial . . . . .	136
IV.8	Déformation totale $\varepsilon_{33}$ selon l'axe verticale pour 5% de déformation $\varepsilon_{33}$ macroscopique imposée . . . . .	137
IV.9	Déformation plastique cumulée pour 5% de déformation $\varepsilon_{33}$ macroscopique imposée . . . . .	137
IV.10	Contrainte équivalente de von Mises pour 5% de déformation $\varepsilon_{33}$ macroscopique imposée . . . . .	138
IV.11	Contrainte $\sigma_{33}$ obtenu pour 5% de déformation $\varepsilon_{33}$ macroscopique imposée . .	138
IV.12	Maillage de 3 VER pris dans des régions différentes dans le matériau . . . . .	140

IV.13	Comportement effectif de trois VER pris dans des régions différents : ( <i>Exp</i> ) <i>représente la loi de comportement obtenue lors d'un essai de compression en</i> <i>laboratoire, (VER1) (VER2) et (VER3) représentent le comportement effectif</i> <i>obtenu en sollicitant des volumes élémentaires en compression simple.</i> . . . .	141
IV.14	Evolution de l'endommagement en fonction de la déformation équivalente pour différent régions . . . . .	142
IV.15	Observation des bandes de localisation 3D de la déformation sur une coup à 45 ° (diagonale de l'éprouvette) entre les deux derniers états de déformations .	143
IV.16	Particule intermétalliques dans un VER . . . . .	145
IV.17	Squelette des particules intermétalliques dans un VER . . . . .	146
IV.18	Principe de la distinction entre points de jonction et points de fin. . . . .	146
IV.19	Points de jonction obtenus à partir du squelette des particules. . . . .	147
IV.20	Points de fin obtenus à partir du squelette des particules. . . . .	147
IV.21	Histogramme de la longueur euclidienne des branches, 1voxel = 1.4 $\mu\text{m}$ . . . .	148
IV.22	Principe de calcul de l'épaisseur des branches, 1 voxel = 1.4 $\mu\text{m}$ . . . . .	148
IV.23	Histogramme des épaisseurs des branches, 1voxel = 1.4 $\mu\text{m}$ . . . . .	149
IV.24	Histogramme de la répartition de $\gamma$ . . . . .	150
IV.25	Evolution de $\gamma$ en fonction de la longueur des branches , 1voxel = 1.4 $\mu\text{m}$ . .	150
IV.26	Exemple de nuage de points . . . . .	153
IV.27	Configuration d'un dendrogramme . . . . .	154
IV.28	Classification hiérarchique : étape 1 . . . . .	154
IV.29	Classification hiérarchique : étape 2 . . . . .	155
IV.30	Illustration des distances entre classes . . . . .	155
IV.31	Classification hiérarchique : étape 3 . . . . .	156
IV.32	Classification hiérarchique : étape 4 . . . . .	157
IV.33	Illustration de la coupure du dendrogramme . . . . .	158
IV.34	Nuage de point avec différentes familles de points . . . . .	159
IV.35	Classification hiérarchique du nuage de points test . . . . .	159
IV.36	Cas de nuages de points sous forme d'ellipses concentriques . . . . .	160
IV.37	Exemple schématique de particule intermétallique . . . . .	161
IV.38	Principe de coupure et cission en familles de points . . . . .	162
IV.39	Principe de la labellisation des particules intermétalliques . . . . .	162
IV.40	Particule intermétallique simple choisie pour l'illustration de la mise en œuvre de l'algorithme . . . . .	164
IV.41	Segmentation de la particule simple par l'algorithme de classification . . . . .	165

IV.42 Résultats de la segmentation des particules intermétalliques dans un VER . . .	166
IV.43 Evolution de la fraction volumique de particule dans un cluster en fonction du volume du cluster . . . . .	168
IV.44 Histogramme des fractions volumique de cluster obtenues pour les quinze réalisations . . . . .	169
IV.45 Evolution de la fraction volumique cumulée de particules intermétalliques en fonction du volume de cluster . . . . .	170
IV.46 Evolution de la fraction volumique cumulée des clusters en fonction des volumes des clusters . . . . .	170
IV.47 Evolution du nombre de points de jonction en fonction des volumes des clusters	171
IV.48 Evolution du rapport du nombre de points de jonction en fonction des volumes des clusters : $r = (Nombre\ de\ points\ de\ jonction) / (nombre\ total\ de\ points)$ . . . .	171
IV.49 Schématisation de la configuration choisie pour la description d'une cellule : <i>Les points de jonction sont représentés en rouge et les points de fin sont représentés en violet. (Bbx) représente le volume rectangle limite entourant la cellule, (Vclust) est le volume totale de la cellule et (Vjc) est le volume contenant que les points de jonction</i> . . . . .	172
IV.50 Evolution du volume contenant les points de jonction en fonction du volume des clusters . . . . .	173
IV.51 Evolution du rayon apparent du rectangle limite en fonction du volume des clusters . . . . .	173
IV.52 Génération de l'espace initial contenant les points de jonction de la particule : <i>(Bbx) désigne le rectangle limite, (V<sub>jc</sub>) le volume contenant les points de jonction</i>	175
IV.53 Principe de la connexion des points de jonction entre eux : <i>Au premier niveau du dendrogramme on observe les points individuels, au deuxième niveau on relie les points les plus proches, au dernier niveau du dendrogramme tous les points sont reliés entre eux.</i> . . . . .	176
IV.54 Principe d'ajout des connexions supplémentaires : <i>Les connexions colorées en bleu sont les connexions qui ont été rajoutées.</i> . . . . .	176
IV.55 Tessellation de Voronoï avec comme base les points de jonction . . . . .	177
IV.56 Principe de génération des points de fin . . . . .	177
IV.57 Principe d'obtention de la particule finale par dilatation . . . . .	178
IV.58 Particule modèle finale avec sa cellule convexe . . . . .	178
IV.59 Exemple de particule modèle générée avec sa cellule convexe correspondante. .	179
IV.60 Longueur des branches reliant les points de jonction (a) et les points de fin (b)	179

IV.61	Particule initiale avec des épaisseurs variables . . . . .	180
IV.62	Moélisation de la paricule initiale par dilatation du squelette . . . . .	180
IV.63	Comparaison entre microstructure réelle et modélisée : . . . . .	181
IV.64	Courbes de comportements effectifs obtenues pour les microstrutres modélisées et réelles. <i>VER1, VER2 et VER3 représentent les maillages des microstructures réelles. MOD1, MOD2 et MOD3 représentent les maillages des microstructures modèles respectives.</i> . . . . .	181
IV.65	Exemple de maillage d'une cellule convexe contenant une particule intermétallique dans une matrice infinie : <i>La paricule intermétallique est en rouge</i> . .	183
IV.66	Champs de déformations plastique cumulée lors de la compression d'une cellule contenant une particule intermétallique modèle . . . . .	184
IV.67	Courbes de comportement effectifs obtenues pour une fraction volumique de particules de 30%. <i>Matrix représente le comportement expérimental de la matrice, (Real) est le comportement obtenu pour la microstructure réelle, (Gene) est le comportement de la microstructure générée et (MH) est le comportement obtenu pour le modèle de sphère noyée dans une matrice</i> . . . . .	185
IV.68	Courbes de comportement effectifs obtenus pour une fraction volumique de particule de 14%. <i>Matrix représente le comportement expérimental de la matrice, (Real) est le comportement obtenu pour la microstructure réelle, (Gene) est le comportement de la microstructure générée et (MH) est le comportement obtenu pour le modèle de sphère noyé dans une matrice</i> . . . . .	186
IV.69	Illustration du principe de génération de particule intermétallique respectant le volume et la fraction volumique du cluster . . . . .	187
IV.70	Méthode d'identification du comportement moyen d'une cellule : <i>Cas de cellules contenant 14.29% de particules intermétalliques (M) représente le comportement moyen identifié à l'aide d'une loi de Voce</i> . . . . .	188
IV.71	Comportement effectif idendifié pour plusieurs cellules à différent fractions volumique de particule. . . . .	189
IV.72	Evolution du module d'Young équivalent en fonction de la fraction volumique de particules contenues dans la cellule . . . . .	189
IV.73	Evolution de la limiteélastiques des cellules en fonction de la fraction volumique. . . . .	190
IV.74	Evolution du paramètre Q de la loi de Voce en fonction de la fraction volumique de particule contenu dans la cellule . . . . .	190
IV.75	Maillage d'un VER avec sa microstructure modèle équivalente . . . . .	191
IV.76	Maillage des cellules labellisées de la microstructure modèle . . . . .	192

IV.77	Comportements effectifs équivalents obtenues pour les microstructures réelle et modèle pour 3% de déformation imposée selon l'axe vertical. . . . .	194
IV.78	Déformation équivalente dans la microstructure modèle à 3% de déformation $\varepsilon_{33}$ imposée . . . . .	195
IV.79	Contrainte de Von Mises dans la microstructure modèle à 3% de déformation $\varepsilon_{33}$ imposée . . . . .	196
A.1	Schéma du dispositif expérimental classique de la tomographie aux rayons X .	218
A.2	Cartographie EBSD de l'orientation des grains après traitement thermique .	219
A.3	Dispositif de nanoindentation-Université technologique de Vienne(Autriche) .	221
A.4	Essai de nanoindentation . . . . .	221
A.5	Exemple de courbe force-pénétration obtenue après nanodindentation pour une force maximale appliquée de 1 N . . . . .	222
A.6	Module identifié par la campagne de nanoindentation . . . . .	223
A.7	Dispositif expérimentale de compression - ENSMSE . . . . .	224
A.8	Eprouvette et dispositif de traction de l'ENSMSE . . . . .	224
A.1	Expérience d'observation <i>in situ</i> au microscope électronique à balayage . . . .	226
A.2	Machine de traction <i>in situ</i> de l'INSA LYON [11] . . . . .	228
A.3	Géométrie de l'éprouvette . . . . .	229
A.1	Schématisation de la sphère de Gurson : $\Sigma$ est la contrainte macroscopique .	233
A.2	Représentation de la fonction $f^*$ en fonction de $f$ . . . . .	236





---

## Liste des tableaux

I.1	Composition chimique des phases présentes dans les alliages Al-Cu-Fe-Mg-Ni [19] . . . . .	11
I.2	Composition chimique de notre alliage . . . . .	20
I.3	Caractéristiques mécaniques retenues pour les différentes phases . . . . .	28
I.4	Tableau récapitulatif des paramètres de la loi de Voce obtenue en compression. . . . .	29
I.5	Comparaison des paramètres identifiés lors d’essais de traction et de compression . . . . .	30
III.1	Paramètres de Voce identifiés à partir des essais de traction sur éprouvette traitée thermiquement . . . . .	107
III.2	Récapitulatif des paramètres du modèle GTN identifiés . . . . .	118
IV.1	Paramètres de Voce identifiés pour la matrice par éléments finis . . . . .	136
IV.2	Paramètres de Voce identifiés pour la matrice par éléments finis . . . . .	194
A.1	Caractéristiques mécaniques retenues pour les différentes phases . . . . .	223



---

# Introduction

## Contexte

L'industrie automobile cherche constamment à réduire le poids des véhicules afin d'augmenter le rendement des moteurs et limiter les émissions de gaz à effet de serre. Par exemple le bloc moteur totalise à lui seul 3 à 4% de la masse totale du véhicule. Il joue donc un rôle important quand on veut diminuer la masse du véhicule. Les alliages d'aluminium de coulée comme substitut de l'acier peuvent apporter un gain de masse de l'ordre de 55% pour de bonnes propriétés mécaniques. Depuis les années 1970 de plus en plus de véhicules sont équipés de moteurs contenant des pièces totalement coulées en alliage d'aluminium. A cause de la haute température de fonctionnement des moteurs diesels, le remplacement des pièces en acier fut limité jusque dans les années 1990. Avec les progrès de la recherche et la création de nouveaux alliages capables de supporter de plus hautes températures, l'application aux moteurs diesels est désormais possible. En plus de la réduction du poids des véhicules l'utilisation des alliages d'aluminiums apporte d'autres avantages comme la bonne conductivité thermique par rapport à l'acier. Compte tenu de cet avantage non négligeable les têtes de pistons, les culasses, les blocs moteurs et les cylindres sont entièrement produits en alliage d'aluminium. Ces différentes pièces ayant des fonctions et des conditions de fonctionnement en service différentes, le choix rigoureux de la composition de l'alliage, les traitements thermiques et les méthodes permettant d'assurer la qualité des surfaces sont très importants. En effet, certaines pièces comme les culasses subissent des conditions de fonctionnement très sévères. Etant en contact avec d'autres pièces comme les soupapes (siège en acier) certaines régions de la culasse (pontet inter soupapes) sont propices à l'apparition de fissures de fatigue. L'explosion des mélanges gazeux, induisant de hautes pressions (jusqu'à 180 bar) mais aussi des contraintes thermiques, peuvent faire propager les fissures puis conduire à

la ruine de la structure (fatigue thermomécanique).

Pour garantir l'intégrité des structures mais aussi proposer des durées de vie fiables, les constructeurs ont recours à des essais expérimentaux sur banc moteur. Ces essais sont souvent longs et onéreux. La part des simulations numériques prend alors toute son importance. Des études antérieures [15, 133] réalisées au centre des matériaux se sont intéressées à simuler les conditions de fonctionnement de pièces telles que les culasses en service. Ces études ont toutes mis en exergue la nécessité d'introduire des considérations micromécaniques sur les modèles proposés. Cette thèse s'insère dans le cadre d'une collaboration entre l'Université Technologique de Vienne et l'école des Mines de Saint Etienne. L'objectif de la thèse est le développement d'un modèle de prédiction des propriétés mécaniques des alliages d'aluminium coulés, en couplant les observations tomographiques de la microstructure avec une analyse statistique et une modélisation par éléments finis de celle-ci. Ce modèle s'appuyant notamment sur les micromécanismes de déformation obtenu par corrélation d'images numériques.

### **La démarche adoptée :**

La démarche adoptée est d'étudier un matériau modèle dont la microstructure se voudrait la plus générale possible pour être représentative des alliages du même type utilisés dans l'industrie automobile. Dans un premier temps grâce à une campagne d'essais expérimentaux les lois de comportements macroscopiques ainsi que les propriétés micromécaniques des différentes phases seront déterminées. Une attention forte sera consacrée à la morphologie 3D des différentes phases grâce à des moyens sophistiqués d'imagerie par tomographie. Les propriétés identifiées seront utilisées comme paramètres d'entrées du code de calcul Zebulon.

Dans un deuxième temps une attention particulière sera consacrée aux micromécanismes d'initiation et de propagation de l'endommagement. Pour cela des essais *in situ* au Microscope Électronique à Balayage (MEB) seront réalisés et permettront de suivre l'évolution de l'endommagement à l'échelle microscopique. Des essais *in situ* en tomographie seront aussi réalisés sur la ligne ID15 et permettront de suivre, grâce à des algorithmes de traitement d'images, l'évolution des microstructures en 3D lors du chargement. Les mécanismes de rupture des particules intermétalliques ainsi que les mécanismes d'évolution des cavités seront observés en détails.

Dans une troisième partie les mécanismes de déformation à l'origine de l'endommagement du matériau seront analysés en 2D. Pour cela une technique de corrélation d'images spécialement développée pour être appliquée aux images MEB sera utilisée. Elle permettra d'observer

ver les mécanismes de déformation à l'échelle des particules de seconde phases. Un couplage entre les techniques de mesure de l'endommagement par imagerie ainsi que l'application de la corrélation d'images 3D permettront d'adapter les paramètres de la loi d'endommagement Gurson-Tvergaard-Needleman (GTN).

Finalemment dans une quatrième partie, des calculs des microstructures par éléments finis seront réalisés et seront basés sur le maillage des microstructures 3D obtenues par tomographie. Des méthodes statistiques seront ensuite utilisées pour identifier des paramètres microstructuraux. Les paramètres mesurés serviront à construire une microstructure modèle pouvant simplifier la microstructure initiale et reproduire les mêmes mécanismes de déformation. Ce modèle se basera essentiellement sur une approche d'homogénéisation en non linéaire.



---

# Chapitre I

---

## MATÉRIAUX ET CONTEXTE INDUSTRIEL

### 1 Introduction

Dans un contexte d'allègement de structures les composants de moteurs automobiles sont faits en aluminium allié au silicium, principalement pour augmenter la coulabilité et, à d'autres métaux pour augmenter les propriétés mécaniques. Les compositions chimiques de ces alliages sont très variées et, dans tous les cas, on a des microstructures très hétérogènes dont l'influence sur les mécanismes d'endommagement et la durée de vie n'est pas maîtrisé. Un enjeu industriel de taille se pose quant au choix des constituants du matériau pour une application donnée. Dans ce chapitre on mettra en exergue la nécessité de mettre en place des modèles micromécaniques basés sur des observations in situ. Dans cette optique, en première partie, on fera une étude bibliographique des alliages aluminium pour les moteurs automobiles (propriétés requises, composition chimique et traitement thermique et influence sur la microstructure et les propriétés macroscopiques). En deuxième partie nous introduirons à travers des essais de caractérisation préliminaires, le matériau qui a été choisi pour cette thèse.

### 2 Les alliages d'aluminium dans l'industrie automobile

#### 2.1 Les propriétés requises

L'application des alliages d'aluminium de coulée dans les moteurs automobiles pose un certain nombre de défis principalement pour les moteurs diesels.

**-Bonne conductivité thermique et de bonnes propriétés mécaniques à haute température :**

Les moteurs automobiles modernes subissent des températures jusqu'à 150 °C dans l'arbre à came et plus de 200 °C dans les régions proches des cylindres où la température des gaz de



combustion peut atteindre 400 ° C. La grande conductivité thermique de l'aluminium assure une bonne dissipation thermique.

### **-Bonne dureté :**

En effet, lors du fonctionnement du moteur, plusieurs pièces peuvent venir en contact les unes avec les autres. On peut par exemple citer le cas des soupapes qui sollicitent le pontet de la culasse en fretting fatigue. Une bonne dureté peut contribuer à retarder considérablement l'apparition de défauts de surface.

### **-Bonne résistance à la fatigue :**

Pendant le fonctionnement, le bloc moteur est soumis à des contraintes de traction compression cycliques, des gradients de températures très élevées ( $<0^{\circ}$  (hiver au repos)  $>150^{\circ}$  C (en fonctionnement)). Le plus important critère pour le choix du matériau fonctionnant à haute température est donc la résistance à la fatigue thermique.

### **-Critères de sélection d'un alliage :**

Choisir un alliage demande la prise en compte de plusieurs critères. Les aluminiums de fonderie utilisés pour la production de pièces coulées complexes pour les moteurs doivent être à la fois très peu chers, très facilement coulables et usinables et, avoir une bonne résistance mécanique à haute température.

### **-Résistance mécanique :**

Les alliages à plus haute limite d'élasticité seraient naturellement l'option à préconiser quoiqu'ils aient des points faibles comme le prix, la coulabilité et une faible résistance à la fatigue.

### **-Prix :**

Pour des questions économiques et techniques, on utilise beaucoup des alliages d'aluminium de seconde fusion ou recyclés (AlSi8Cu3, AlSi6Cu4).

### **-Coulabilité :**

En général on augmente les propriétés de coulabilité d'un alliage en augmentant le taux de silicium. En outre l'addition de cuivre dont on a besoin pour augmenter les propriétés mécaniques à haute température a un effet négatif sur le remplissage des moules. Les alliages avec une certaine teneur en fer et manganèse sont nécessaires pour éviter le collage de la pièce avec le moule. Mais l'ajout de fer diminue la durée de vie en fatigue de l'alliage.

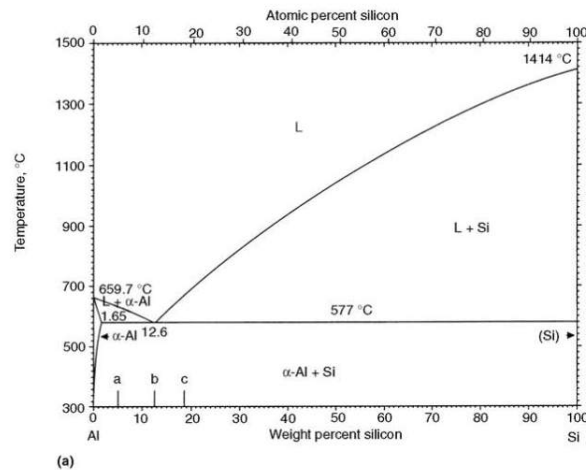
### **-D'autres critères de choix :**

Dans d'autres cas, d'autres caractéristiques peuvent être plus importantes que le prix et la coulabilité. Pour éviter l'utilisation de l'acier très lourd ou encore l'usinage des blocs de cylindre, certaines pièces de voitures de sport sont entièrement faites d'alliages d'aluminium hypereutectiques (AlSi17Cu4) qui donnent directement de très bonnes propriétés de surface.

### 3 Microstructure des alliages de coulée pour moteurs automobiles

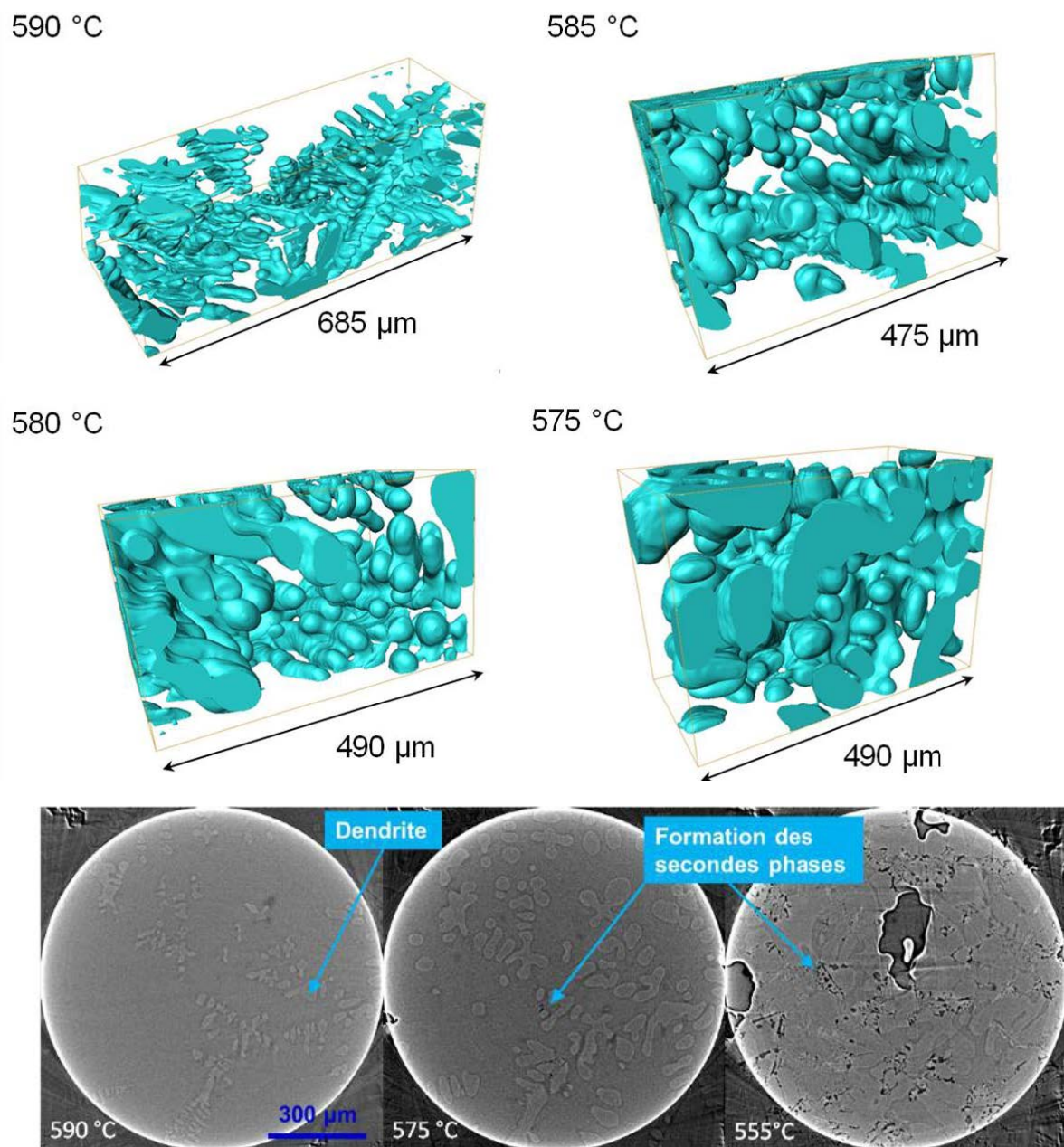
#### 3.1 Structure globale

Le silicium est l'élément d'ajout principal utilisé dans les alliages de coulée pour l'industrie automobile. L'avantage principal est qu'il augmente considérablement la fluidité du métal et par conséquent sa coulabilité. Le silicium est peu onéreux et est l'un des rares éléments que l'on peut ajouter sans pour autant gagner en masse.



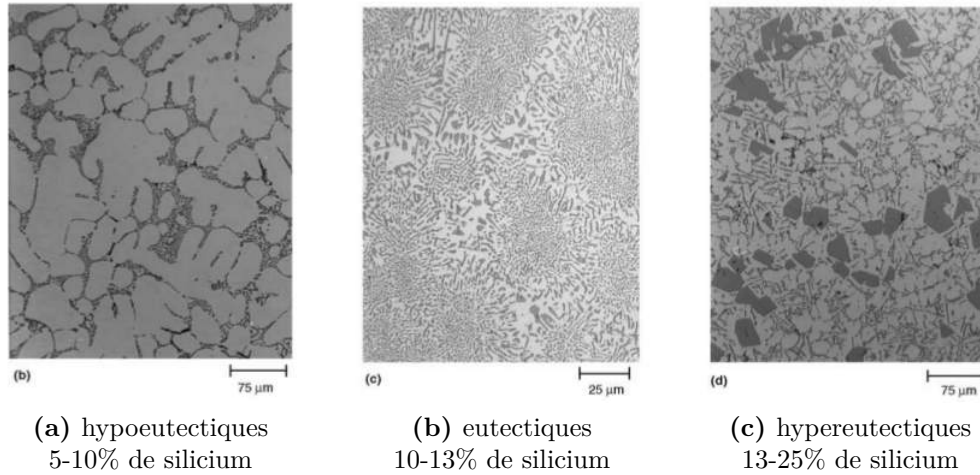
**Figure I.1** — Diagramme de phase du système Aluminium- Silicium[73]

Lors du refroidissement dans le système Al-Si (figure I.1), des cristaux solides d'aluminium se forment en premier avec une concentration en silicium beaucoup plus faible que le reste du mélange. Cela s'explique par le fait que le silicium est beaucoup moins soluble dans l'aluminium quand la température décroît. Par conséquent le silicium est expulsé vers l'interface entre les premiers cristaux d'aluminium qui formeront les dendrites, et le liquidus. Ceci enrichit le liquidus environnant en silicium, qui va précipiter sous forme de plaquettes, ce qui draine le silicium en solution à proximité et crée juste à côté, une zone d'aluminium presque pur. On va donc former une lamelle d'aluminium. De proche en proche, on forme un eutectique lamellaire par croissance compétitive. En présence d'autres éléments d'addition notamment pour augmenter les propriétés mécaniques de l'alliage, on peut avoir formation de particules intermétalliques par le même procédé. Ce mode de solidification conduit à un matériau très hétérogène, non seulement par la diversité des phases qui le composent mais aussi par la distribution spatiale de ces phases (figure I.2).



**Figure I.2** – Tomographie *in situ* lors de la solidification d'un alliage d'aluminium[150]

Ce mode de solidification est valable pour les alliages hypoeutectiques contenant moins de 12% de silicium. Il arrive que les industriels produisent des alliages avec plus de 20 % de silicium. En effet, il existe trois grandes classes d'alliages dont les microstructures caractéristiques sont montrées dans la figure I.3 :



**Figure I.3** – Les différentes classes d’alliages de fonderie avec différentes concentrations de silicium [73]

Les plus utilisés restent les nuances d’alliages hypoeutectiques et eutectiques. Cependant les alliages à structure hypereutectique sont de plus en plus utilisés dans l’industrie automobile notamment pour fabriquer les blocs de cylindres. La saturation des alliages hypereutectiques en silicium leur confère une dureté adéquate pour les blocs de cylindre. Le bloc de cylindre étant en frottement permanent avec la tête du piston, une très bonne dureté est nécessaire pour retarder les départs de fissures de fatigue. Il est à noter que le silicium est le second élément le plus dur après le diamant. Ainsi les gros cristallites de silicium qui se forment dans les hypereutectiques contribuent à augmenter la dureté de l’alliage. Par ailleurs, même si ces propriétés sont très attrayantes, des moyens lourds de technique de découpe sont nécessaires pour usiner de telles pièces, c’est principalement ce qui limite leur utilisation.

### 3.2 Les éléments d’addition et les différentes phases durcissantes

En plus du silicium, d’autres éléments peuvent être ajoutés pour augmenter les propriétés mécaniques des alliages. Une liste non exhaustive des éléments d’alliage les plus couramment rencontrés est ici proposée :

#### **Le Cuivre et le Nickel pour les alliages à haute limite d’élasticité :**

Le Cuivre à lui seul a le plus grand impact sur les propriétés mécaniques des alliages d’aluminium, notamment en augmentant considérablement la limite d’élasticité et la contrainte à la rupture. Les alliages d’aluminium contenant du cuivre gardent de très bonnes propriétés mécaniques (grande limite d’élasticité) même à haute température. Par ailleurs, il a été re-

marqué que l'ajout de cuivre augmente la dureté de la matrice d'aluminium rendant ainsi la possibilité d'usiner des pièces très complexes avec de petites épaisseurs. Le nickel apporte aussi tous les avantages cités précédemment pour le cuivre, mais ses effets sur la limite d'élasticité restent moins importants comparés au cuivre. Le nickel se combine assez facilement aux autres éléments, notamment au cuivre pour former de nouveaux types d'intermétalliques. Le cuivre et le nickel sont d'ailleurs deux éléments qui se retrouvent systématiquement dans les alliages d'aluminium pour les têtes de piston ( $\text{AlSi10Cu5Ni2}$  [48]).

### **Le magnésium (Mg) :**

Le magnésium est aussi un élément servant à augmenter les propriétés mécaniques des alliages. L'addition de magnésium dans les alliages d'aluminium contenant du cuivre augmente la sensibilité au revenu en favorisant la diffusion de phases intermétalliques durcissantes. Combiné au silicium pour former la phase  $\text{Mg}_2\text{Si}$ , le magnésium contribue à l'accroissement des propriétés mécaniques de l'alliage lorsque la teneur en silicium est faible. Dans les alliages Aluminium-Cuivre-Fer-Silicium, le magnésium se combine pour former de nouveaux intermétalliques  $\text{Al}_5\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$  et  $\text{Al}_8\text{FeMg}_3\text{Si}_6$ , qui contribuent également au durcissement structural.

### **Le Manganèse (Mn) et le Chrome (Cr) pour modifier les phases intermétalliques au fer :**

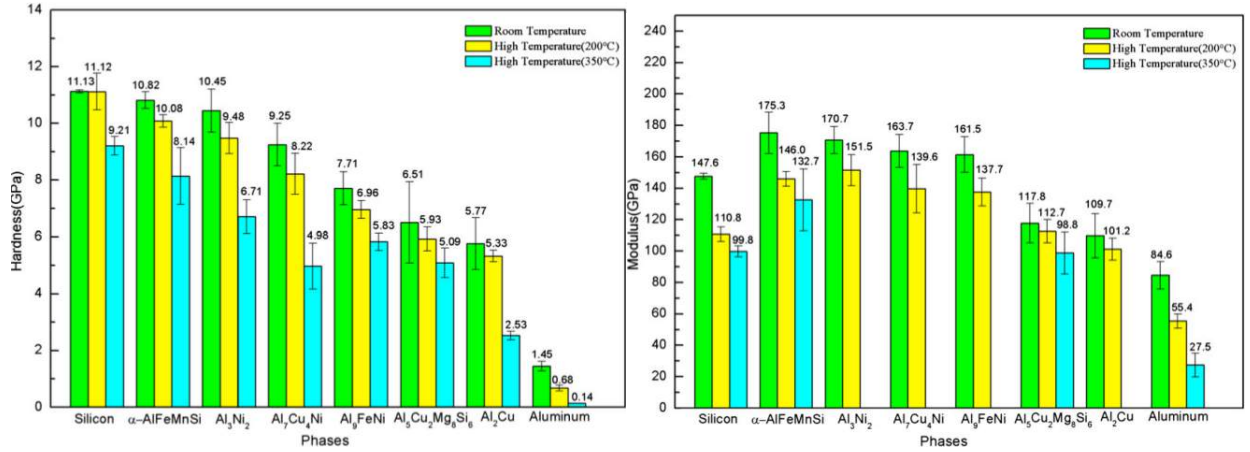
Seuls ou associés, le manganèse et le chrome modifient la morphologie des intermétalliques de type  $\text{Al}_5\text{FeSi}$  initialement longues et sous forme de plaquettes. Ces intermétalliques deviennent plus complexes ( $\text{Al}_{15}(\text{MnFe})_3\text{Si}_2$ ) avec une structure cristallographique cubique. Ces nouveaux types d'intermétalliques sont connus pour être moins fragiles. Quand la teneur en fer est supérieure à 0.45% en masse, la teneur en manganèse ne doit pas être inférieure à la moitié de la teneur en fer. Comme pour la plupart des intermétalliques, la concentration en ( $\text{Al}_{15}(\text{MnFe})_3\text{Si}_2$ ) est une fonction de la teneur en Manganèse et de la vitesse de solidification [136].

Les différents éléments ajoutés se combinent entre eux pour former des particules de secondes phases qui contribuent à augmenter les propriétés mécaniques des alliages. Le tableau I.1 montre les intermétalliques les plus courants qu'on peut obtenir dans les alliages d'aluminium utilisés dans l'industrie automobile. La figure I.4 montre les résultats de nanoindentation qu'ont mené Chen et al.[32] pour ces types d'alliages. On peut remarquer que les intermétalliques ont un module d'Young beaucoup plus élevé que le reste de la matrice, certains intermétalliques peuvent atteindre des valeurs de l'ordre de 3 fois supérieures à la matrice d'aluminium. Les résultats montrent que la dureté et aussi le module élastique, augmentent avec le taux de nickel et de cuivre présent dans la phase.

### I.3 Microstructure des alliages de coulée pour moteurs automobiles

Phases	Composition pm %	Densité ( $g/cm^3$ )
Al <sub>3</sub> Ni	42Ni	3.95
Al <sub>2</sub> Cu	52.5Cu	4.34
Mg <sub>2</sub> Si	63.2Mg ; 36.8Si	1.98
Al <sub>3</sub> CuNi (Al <sub>3</sub> Ni <sub>2</sub> )	30Ni ; 31Cu	4.76
Al <sub>7</sub> Cu <sub>4</sub> Ni	38.7-50.7Cu ; 11.8-22.2Ni	5.48
Al <sub>9</sub> FeNi	4.5-14Fe ; 18-28Ni	3.4
Al <sub>5</sub> FeSi	25-30Fe ; 12-15Si	3.45
Al <sub>8</sub> FeMg <sub>3</sub> Si <sub>6</sub>	10.9Fe ; 14.1Mg ; 32.9Si	2.82
Al <sub>5</sub> Cu <sub>2</sub> Mg <sub>8</sub> Si <sub>6</sub>	20.3Cu ; 31.1Mg ; 27Si	2.79
Al <sub>15</sub> Si <sub>2</sub> (FeMn) <sub>3</sub>	13.Fe ; 13.Mn ; 8.6Si	2.79

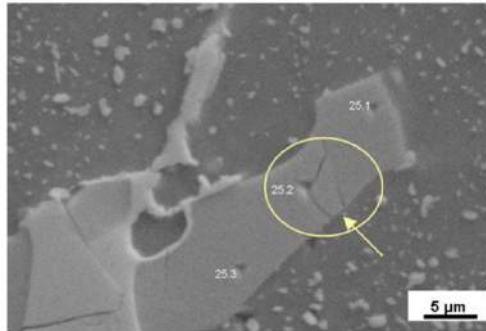
**Tableau I.1** – Composition chimique des phases présentes dans les alliages Al-Cu-Fe-Mg-Ni [19]



**Figure I.4** – Résultats de nanoindentation [32]

La figure I.5 montre l'image par microscopie électronique à balayage d'un intermétallique de type  $\alpha$ -AlFeMnSi après nanoindentation. Une fissure s'est développée après quelque micromètres de pénétration de l'indenteur, ce qui démontre assez bien le caractère très fragile des intermétalliques en général.





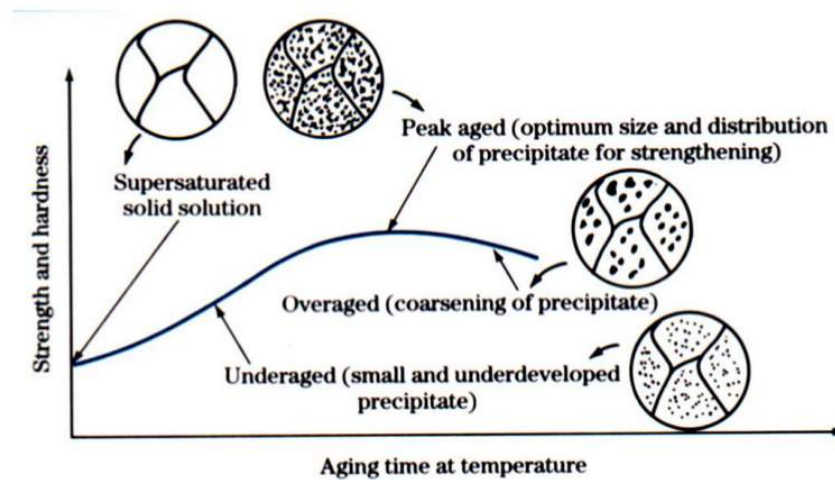
**Figure I.5** – Rupture d'un intermétallique  $\alpha$ -AlFeMnSi après nanoindentation à 350 °C [32]

### 3.3 Effet des traitements thermiques

La plupart des alliages de coulée sont des matériaux à durcissement structural, c'est à dire que des traitements thermiques peuvent modifier leurs propriétés mécaniques. Des traitements thermiques peuvent augmenter la ductilité ou stabiliser les microstructures. La norme NF EN 515 est la norme standard des traitements thermiques utilisés dans l'industrie automobile. Un type de traitement thermique est désigné par la lettre T suivi d'au moins un numéro de 1 à 10. Les traitements thermiques de type T4 et T6 sont les plus fréquents. Par exemple T4 consiste en une mise en solution puis un vieillissement naturel jusqu'à l'obtention d'un état pratiquement stable ; T6 consiste en une mise en solution puis un vieillissement artificiel ou revenu jusqu'au pic de durcissement. Ces traitements thermiques se résument pour la plupart en un revenu et une mise en solution. Nous expliquons ici les effets de ces différents traitements thermiques sur la microstructure.

#### **Le traitement thermique de vieillissement artificiel ou revenu :**

Beaucoup de recherches ont été menées pour comprendre les effets du revenu [2, 98, 129] sur les propriétés mécaniques des alliages de coulée notamment l'influence sur la contrainte limite à rupture et la propagation de fissures [24]. Le revenu est reconnu comme étant le moyen le plus important pour le durcissement des alliages d'aluminium, qui implique l'augmentation des propriétés mécaniques de l'alliage par des précipités susceptibles d'être cisailés par les dislocations. En contrôlant le temps et la température de revenu, des propriétés mécaniques variées peuvent être obtenues ; la limite d'élasticité peut être augmentée ; les contraintes résiduelles dues à la solidification peuvent être réduites voire annihilées, la microstructure de l'alliage peut être stabilisée. En effet, le traitement thermique de vieillissement artificiel consiste à accélérer la précipitation dans la matrice d'aluminium (voir figure I.6).



**Figure I.6** – évolution schématique de la dureté et de la résistance mécanique d'un alliage à durcissement structural pendant le vieillissement[142] : *Un traitement de revenu thermique à température modérée (100-300 °C), conduit à un maximum de durcissement par apparition de phases métastables réparties de manière homogène dans les grains. Si le temps de maintien du revenu est trop long, la dureté diminue progressivement : on parle de sur-revenu.*

Dans un matériau métallique, tout ce qui s'oppose au déplacement des dislocations entraîne un durcissement, c'est-à-dire une augmentation de la limite d'écoulement plastique et de la dureté. Ces obstacles sont, pour la plus grande partie, des précipités dans les alliages à durcissement structural. Il est indiqué de faire le vieillissement sous l'écart de miscibilité métastable appelé la zone de Guiner-Preston (GP) [8].

#### Traitement thermique de mise en solution ou sphéroidisation :

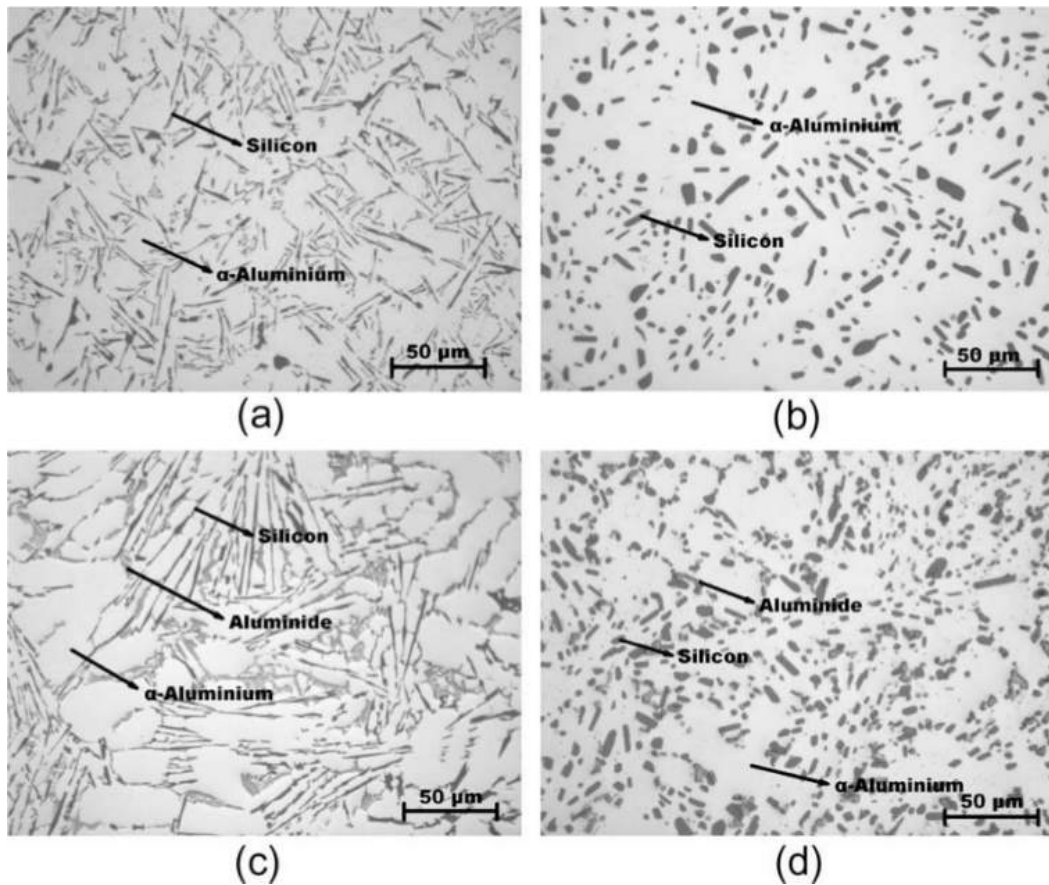
La mise en solution a trois rôles principaux :

- L'homogénéisation de la microstructure de coulée.
- Dissolution de certaines phases (généralement au cuivre).
- Changement de la morphologie des particules de silicium.

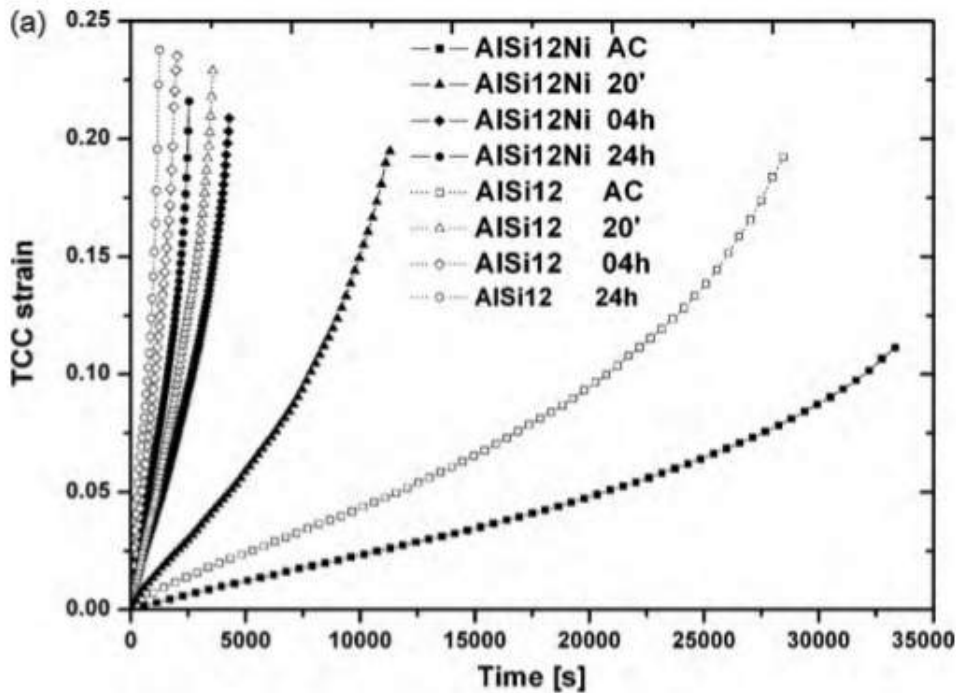
En effet, lors de la solidification dendritique des alliages de coulée, la ségrégation non homogène des éléments de secondes phases (intermétalliques, silicium ...) peut avoir un effet négatif sur l'élongation à rupture du matériau. Une mise en solution à une température légèrement en dessous de la température de l'eutectique (490-540 °C) sert à redistribuer les particules. Dans les alliages de coulée avec une forte teneur en silicium, la mise en solution sert principalement à changer la morphologie des particules de silicium. Les particules de silicium initialement allongées et plates évoluent vers une structure globulaire et ronde (voir figure I.7). Par ailleurs la mise en solution sert aussi à dissoudre certaines phases intermétalliques pour former des précipités. Cependant les éléments d'addition n'ont pas le même taux de solubilité dans l'aluminium.



La solubilité du cuivre dans l'aluminium est seulement de 0.05 m% à température ambiante mais augmente considérablement à haute température [82, 108]. La solubilité maximale du silicium dans l'aluminium est de 1.6 m%, mais le silicium a très peu d'effet sur les propriétés de l'aluminium lorsqu'il est en solution solide[45]. La solubilité maximale du nickel et du fer est seulement de 0.04 m% [108] à la température de l'eutectique, c'est à dire entre 640 °C et 655 °C dans les alliages binaires respectifs. Ainsi les phases au cuivre telles que les  $\text{Al}_2\text{Cu}$  et  $\text{Al}_5\text{Cu}_4\text{Ni}$  peuvent se dissoudre dans la matrice à très grande proportion tandis que les phases  $\text{Al}_5\text{FeSi}$  et  $\text{Al}_{15}\text{Si}_2(\text{FeMn})_3$  sont très peu affectées et restent quasi intactes.



**Figure I.7** – Influence du traitement thermique de sphéroidisation sur la forme des particules de silicium et intermétalliques [6] : (a) microstructure de l'alliage AlSi12 non et (b) traité thermiquement, (c) microstructure de l'alliage AlSi12Ni non et (d) traité thermiquement



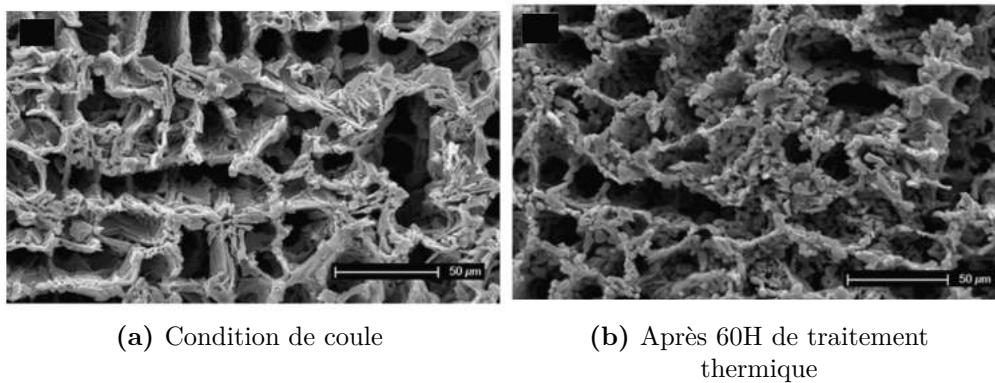
**Figure I.8** – Effet du traitement thermique sur le comportement en fluage de l’alliage AlSi12CuMgNi [7]

Les effets de la mise en solution sont ainsi très visibles sur les propriétés macroscopiques des alliages, la figure I.8 montre les résultats d’essais de fluage sur deux nuances d’alliage : AlSi12 contenant 12% de silicium et AlSi12Ni contenant 1.22% de nickel en plus. On peut voir que la sphéroidisation des particules de silicium contribue à augmenter l’aptitude au fluage de l’alliage alors que la présence de nickel tend à stopper le fluage. Cela est en accord avec ce qui avait été dit précédemment. Les éléments nickel, contribuant à former des intermétalliques très peu affectés par le traitement thermique, jouent le rôle de renfort.

### 3.4 Morphologie des particules de secondes phases

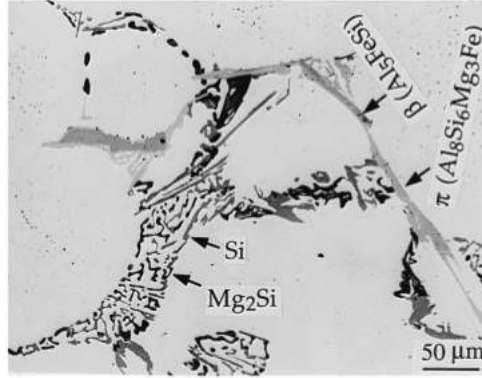
La cinétique de solidification des alliages de coulée conduit à une ségrégation des éléments d’addition dans la zone eutectique. Ce mode de solidification conduit à des microstructures très complexes, non seulement par la diversité de la composition chimique des secondes phases, mais aussi principalement leur répartition spatiale. Nous avons déjà vu dans le paragraphe 3.3 que le traitement thermique pouvait modifier la forme des particules de silicium et que ce changement de morphologie était responsable de l’évolution des propriétés macroscopiques de l’alliage. Ceci met en évidence l’importance de la microstructure vis-à-vis du comportement mécanique de

l'alliage. La figure I.9 montre les observations au microscope électronique à balayage après une dissolution sélective de la matrice d'aluminium dans l'alliage  $\text{AlSi12CuMgNi}$  (contenant 12 % de silicium et moins de 1.5% de cuivre et de nickel). La dissolution sélective permet une observation en 3D (en perspective) à très haute résolution de la microstructure au MEB. On peut voir la structure et la répartition géométrique des particules de silicium avant I.9(a) et après traitement thermique I.9(b). Il est important de noter ici que bien qu'on observe un changement morphologique de leurs sections, l'interconnectivité des particules de silicium est conservée. On remarque aussi la structure dendritique, à travers les cavités laissées par la matrice d'aluminium. Cette structure s'avère d'ailleurs être homogène dans l'espace ainsi que la répartition des particules de silicium.



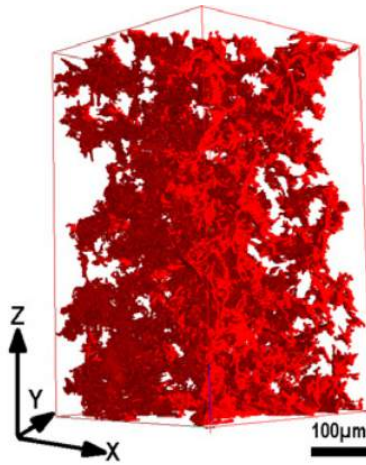
**Figure I.9** – Observation des particules de silicium au microscope électronique après dissolution sélective [48].

D'autres études ont porté sur la morphologie des particules intermétalliques. La composition chimique des intermétalliques varie selon les éléments d'addition présents, et on peut avoir plusieurs types d'intermétalliques pour une composition d'alliage donnée. Les différentes particules intermétalliques ont la particularité de ségréger les unes à côté des autres pour former des amas (voir figure I.10). Sans avoir recours à la technique de la diffraction aux rayons X il est quasi impossible de discerner les différents types d'intermétalliques. D'autres part les techniques de reconstruction des microstructures par tomographie aux rayons X permettent d'observer la morphologie 3D des particules intermétalliques. La figure I.11 montre la structure 3D des intermétalliques dans un alliage d'aluminium utilisé pour les têtes de pistons d'automobile. Plusieurs types d'intermétalliques sont présents[5]. Ils forment ensemble un réseau 3D interconnecté.

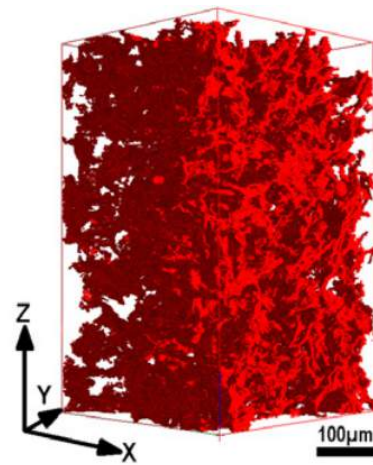


(a)

**Figure I.10** – Observation d'un amas de particules intermétalliques avec leurs compositions chimiques respectives[101]



(a) L'alliage AlSi10Cu5Ni1



(c) L'alliage AlSi10Cu5Ni2

**Figure I.11** – Observation par tomographie aux rayons X de la morphologie des intermétalliques dans un alliage d'aluminium pour les têtes de pistons [5]

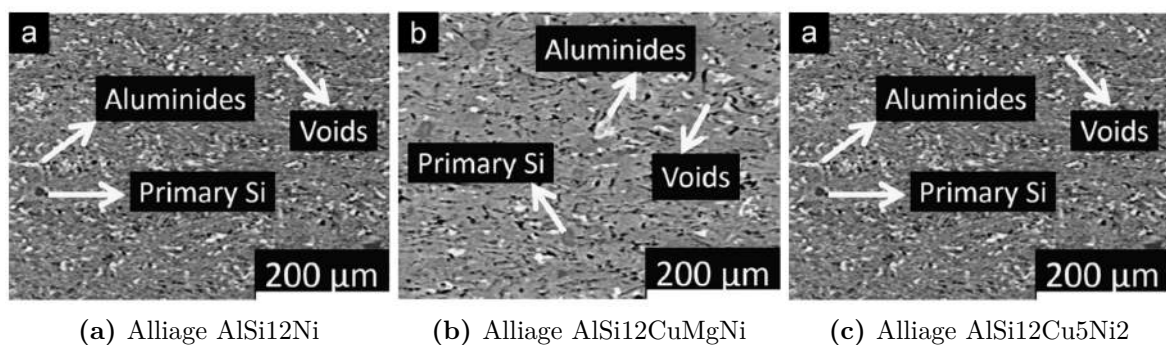
### 3.5 Mécanismes d'endommagement sous compression

Vu la complexité des microstructures montrées dans le paragraphe 3.4, il peut être intéressant de comprendre les mécanismes d'endommagement lors d'un essai de compression. Les alliages de coulée sont des matériaux composites à matrice métallique. Les renforts silicium et intermétalliques ont des formes très complexes et interconnectées et supportent beaucoup de charge lors d'une sollicitation mécanique, mais ils sont aussi très fragiles. Zahid et al.[4] ont effectué une campagne d'essai sur la ligne ID15 de l'ESRF où ils ont quantifié, après com-

pression à 45% la porosité dans plusieurs nuances d'alliage d'aluminium (voir figure I.12). La taille du voxel des volumes reconstruits est de  $1.4^3 \mu\text{m}^3$ . Le but principal était de quantifier l'endommagement introduit par les essais de compression à température ambiante et à  $300^\circ\text{C}$  dans 3 alliages de coulée contenant différentes teneurs en cuivre et en nickel. Il a été remarqué le même type d'endommagement dans les trois alliages. Les mêmes mécanismes d'endommagement (indépendance du traitement thermique et de la température de l'essai) ont été observés :

- rupture des intermétalliques
- rupture des particules de silicium
- décohésion matrice silicium

Sur la figure I.12 on peut voir la porosité créée par cet endommagement massif pour les différents alliages. La microstructure devient très poreuse. Les cavités se retrouvent principalement à côté des particules intermétalliques et de silicium. Très peu de cavités sont observées dans la matrice d'aluminium avec la présente résolution.

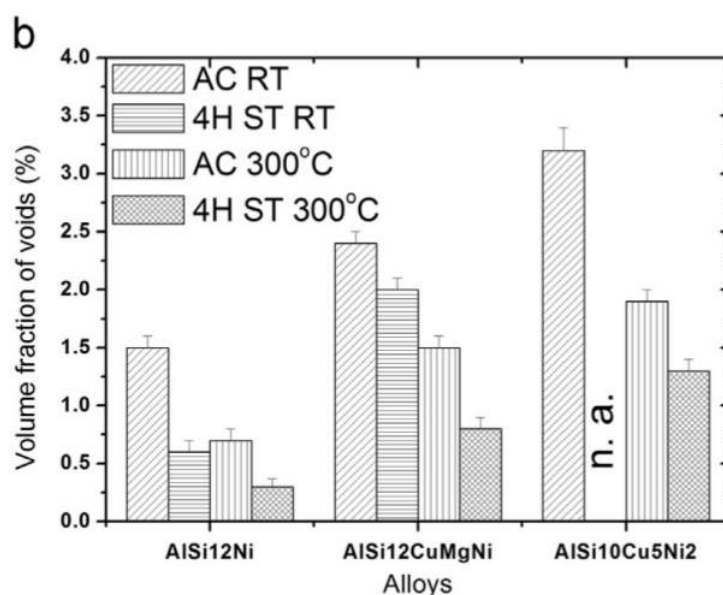


**Figure I.12** – Observation par tomographie aux rayons X après essai de compression[4]

La figure I.13 montre la fraction volumique de vides obtenue après compressions pour les trois différents alliages à différentes températures de compression pour des microstructures dans l'état de coulée (AC) et après traitement thermique (ST). Trois conclusions importantes sont à noter :

- La fraction volumique de vides observée lors d'une compression à  $300^\circ\text{C}$  est 40 à 60% plus petite que lors d'une compression à température ambiante.
- La fraction volumique de vides décroît avec le traitement thermique de sphéroidisation.
- La fraction volumique de vides augmente considérablement avec la teneur en cuivre et en nickel.



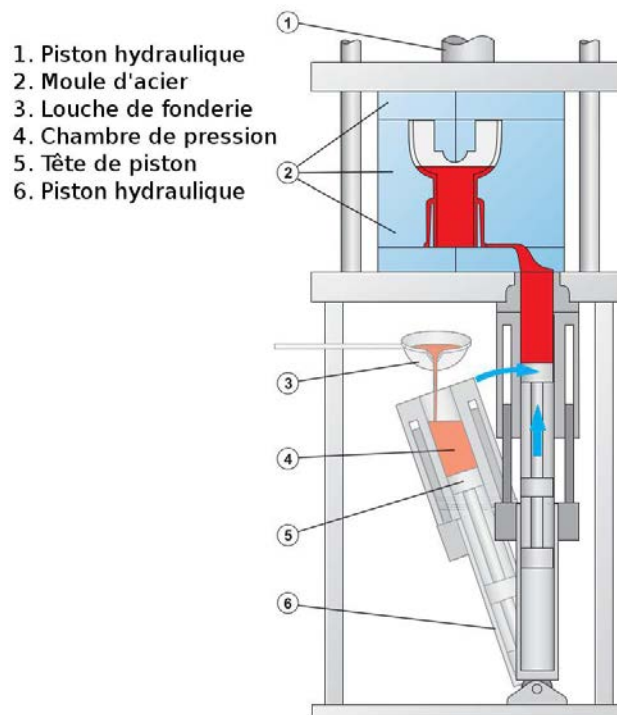


**Figure I.13** – Quantification de la fraction volumique de vides après compression de 45% [4]

## 4 Matériau de l'étude : l'alliage AlSi12Ni

### 4.1 Origine

Le matériau utilisé est un aluminium de fonderie obtenu par le procédé squeeze-casting ou encore coulé sous haute pression au LKR en Autriche. La figure I.14 représente schématiquement le procédé d'obtention de cet alliage. La particularité du processus de squeeze-casting, en opposition aux autres techniques de coulée sous haute pression est la vitesse d'injection relativement lente du métal fondu. L'injection se fait à la verticale et le temps d'injection dure plusieurs secondes, contrairement à quelques millisecondes pour la technique HPDC (high pressure die casting). Le principal avantage de cette technique de coulée est de remplir le moule tout en limitant considérablement l'injection de gaz. En effet l'injection de gaz en même temps que le métal fondu peut conduire à des pièces défectueuses après solidification. La haute pression d'injection permet d'éliminer les porosités et d'obtenir des pièces de très grande qualité avec un très bon état de surface. Et enfin, cette technique produit des pièces qui peuvent être soumises à des traitements thermiques afin d'en améliorer les propriétés eu égard à leur futur usinage.



**Figure I.14** – Technique de la coulée sous pression (squeeze-casting)[56]

### 4.2 Composition chimique et les différentes phases

Nous étudions un aluminium eutectique composé de 12% de silicium, la composition chimique détaillée de l'alliage de coulée est reportée dans le tableau 1.2. Comme nous l'avons précédemment mentionné, nous nous intéressons particulièrement à l'influence de la microstructure sur les mécanismes d'endommagement notamment de l'interaction entre les phases intermétalliques et de silicium. La composition de l'alliage que nous étudions est proche de ceux utilisés dans l'industrie automobile mais ne dispose pas d'homologation commerciale. Nous l'appellerons AlSi12Ni.

Composition du matériau	Si	Ni	Fe	Mn	Al
AlSi12Ni m%	11.92	1.22	0.69	0.27	Bal

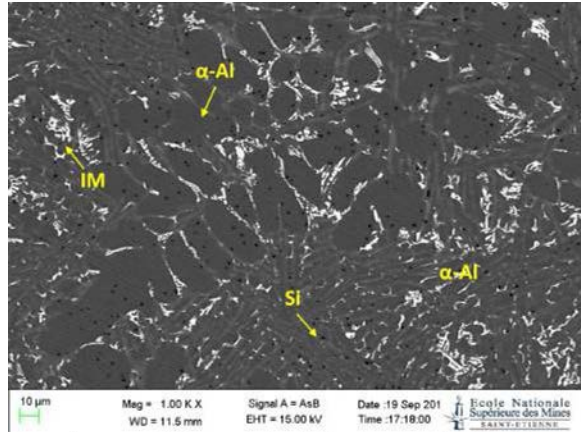
**Tableau I.2** – Composition chimique de notre alliage

Dans l'industrie automobile il est d'usage de faire des traitements thermiques sur les pièces brutes de coulée afin d'augmenter leur ductilité, et par conséquent augmenter leur usinabilité. Les traitements thermiques sont effectués à 540 ° C juste en dessous de la température de l'eutectique. Le temps de traitement thermique peut varier en fonction des propriétés mécaniques

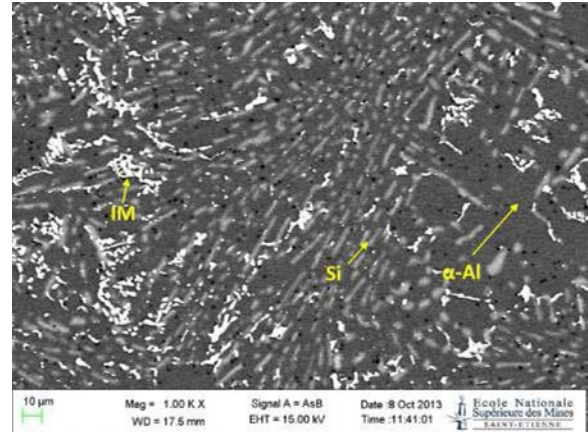
souhaitées. Dans tous les cas, l'effet du traitement thermique modifie considérablement la microstructure(3.3). Dans notre étude, nous effectuons deux types de traitements thermiques :

- Un traitement thermique de vieillissement artificiel pendant 2h à 300 ° C pour stabiliser les précipités. [94]
- Un traitement thermique de mise en solution à 540 ° C pendant 4h.

La figure I.15 montre l'observation au microscope électronique à balayage de la microstructure avant et après traitements thermique. La remarque principale est le changement de forme des particules de silicium. Dans la figure I.15(a) on observe des particules de silicium minces et allongées difficilement discernables de la matrice d'aluminium, alors que dans la figure I.15(b) les particules de silicium sont beaucoup plus sphériques et épaisses. A cause de ce changement caractéristique, les traitements thermiques de mise en solution sont communément appelés traitements thermiques de sphéroidisation. Par ailleurs il est à noter que les particules intermétalliques apparaissant ici en blanc ne sont pas affectées par le traitement thermique. Elles ont des formes très complexes composées de plusieurs ramifications que l'on observe avant et après le traitement thermique.



(a) Microstructure de Coulée

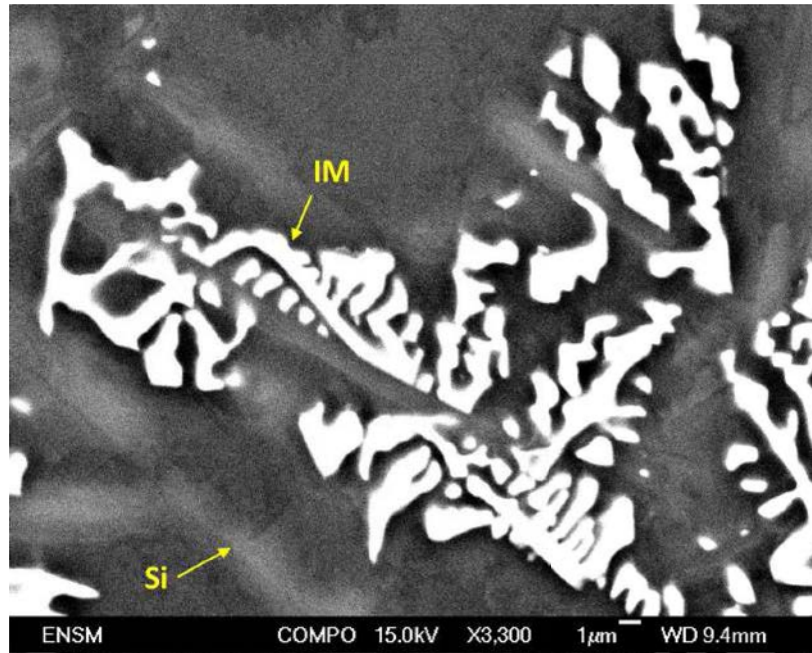


(b) Après traitement thermique

**Figure I.15** – Effet du traitement thermique

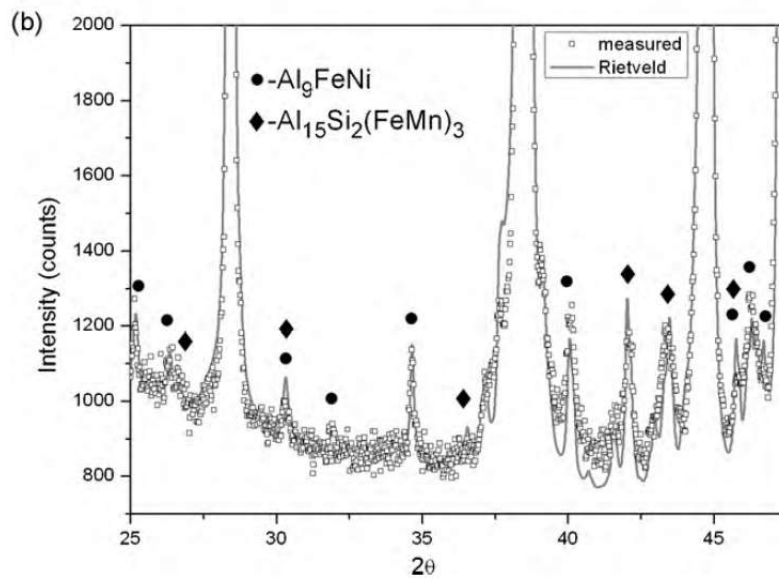
La figure I.16 montre une observation au MEB à fort grossissement d'un intermétallique. Sa forme rappelle très explicitement un caractère chinois. On peut noter aussi la forte contiguïté des phases intermétalliques avec les particules de silicium que l'on voit apparaître en gris clair. On verra mieux cet aspect avec les études en tomographie présentées dans le paragraphe suivant.





**Figure I.16** – Observation d'un intermétallique à fort grossissement

Des mesures par diffraction aux rayons X ont été effectuées dans les travaux de Zahid et al.[7] afin de déterminer la composition chimique des intermétalliques contenus dans l'alliage AlSi12Ni. La figure I.17 montre qu'il existe deux types d'intermétalliques dans cet alliage dont les formules chimiques sont  $\text{Al}_{15}\text{Si}_2(\text{FeMn})_3$  et  $\text{Al}_9\text{FeNi}$ .



**Figure I.17** – Composition chimique des intermétalliques dans l'alliage AlSi12Ni [7]

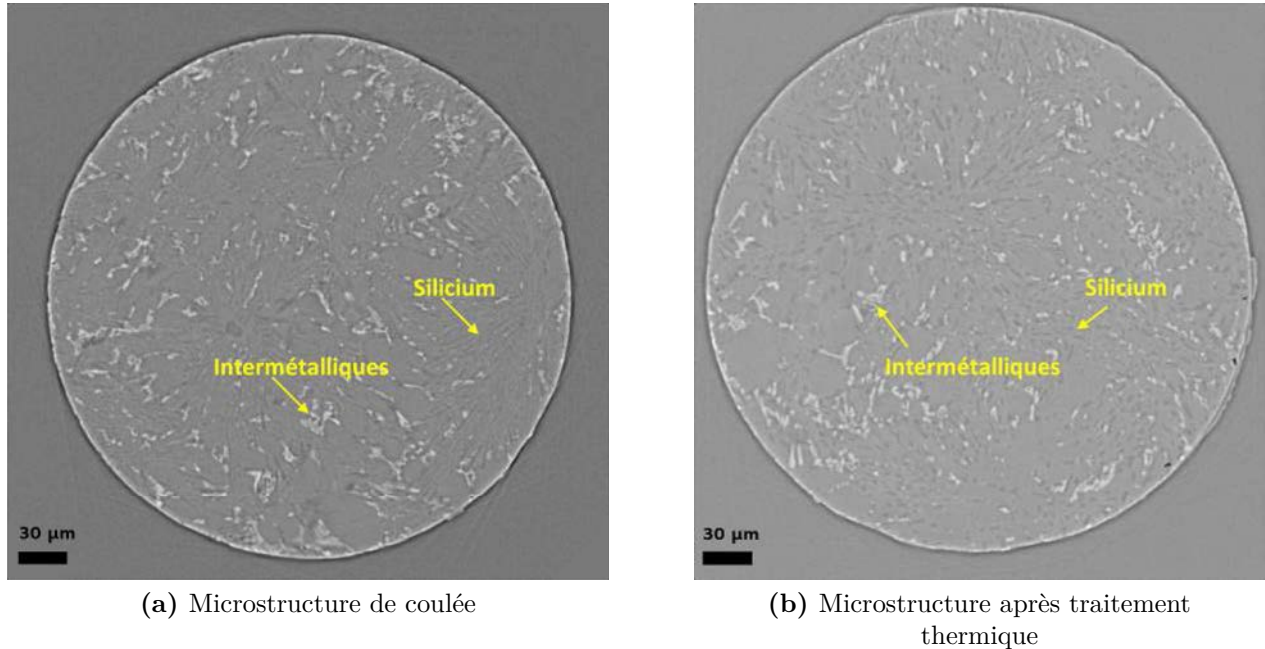
### 4.3 Caractérisation microstructurale et mécanique.

#### 4.3.1 Caractérisation en tomographie aux rayons X

Comme expliqué dans l'annexe 1, la tomographie aux rayons X permet la mesure d'absorption locale d'un matériau, ce qui permet de distinguer les différentes phases qui le composent. Cependant des difficultés peuvent survenir quand on veut faire des mesures sur un matériau dont les différentes phases ont des coefficients d'atténuation très proches. Dans notre cas, il s'agit du silicium et de l'aluminium.

D'autres informations sont alors nécessaires. Il s'agit du contraste de phase qui peut être exploité en faisant varier la distance entre l'échantillon et le détecteur. Cette technique a été mise en place à l'ESRF sur la ligne ID19 par une équipe de chercheurs européens sous la direction de J. Baruchel. La caméra CCD utilisée a été réalisée spécialement à l'ESRF et comprend 2048 rangées de 2048 détecteurs. Dans le dispositif expérimental que nous avons utilisé pour nos observations, le détecteur est situé entre 3 cm et 8 cm de l'échantillon. La résolution de la caméra, qui correspond à la taille de chaque élément sensible du détecteur qui la compose, est de  $0,3\mu\text{m}$  (configuration haute résolution). 1500 projections sont acquises pour reconstruire le volume, soit un pas de rotation de  $0.12^\circ$  entre chaque radiographie pour couvrir un angle de  $180^\circ$ .

La totalité de ces projections est aussi appelée scan. La durée d'exposition pour une projection, compte tenu de l'énergie choisie, est de 1 s, ce qui correspond à un temps d'acquisition d'un scan d'environ 45 minutes. La figure [I.18](#) montre le résultat de la reconstruction d'une section circulaire de notre alliage. Nous pouvons clairement voir apparaître trois phases que constituent la matrice d'aluminium (gris), les intermétalliques (blanc) et le silicium (gris sombre). On peut noter l'effet du traitement thermique sur la morphologie des particules de silicium qui évoluent d'une structure plate et allongée vers une structure globulaire et plus épaisse.



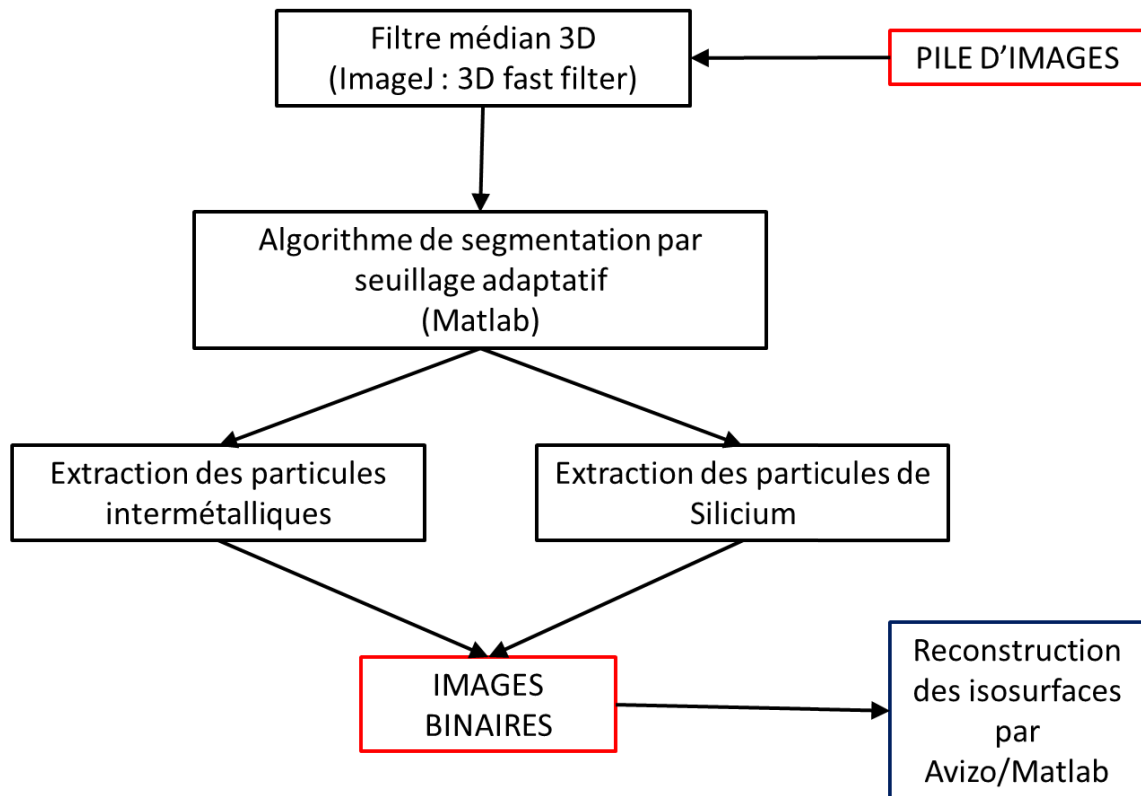
**Figure I.18** – Reconstruction par tomographie aux rayons X de la microstructure (ID19 ESRF) 1  
voxel = 0.3 μm

Il est toutefois important de noter que même, avec la technique de reconstruction sophistiquée de l’ID19 de l’ESRF, il reste difficile de discerner les particules de silicium. Des méthodes d’extraction sophistiquées sont nécessaires. Ceci sera discuté dans la prochaine section.

### 4.3.2 Segmentation des images et reconstruction de la microstructure

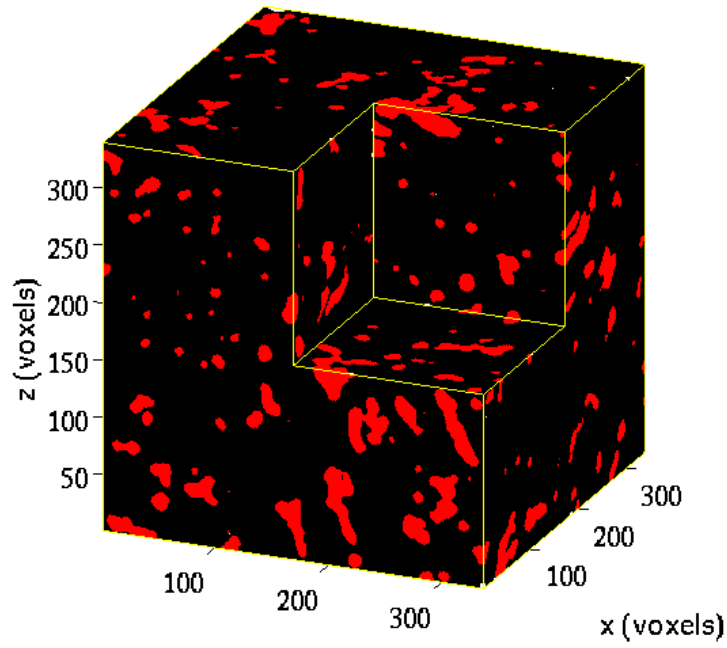
Nous nous intéressons particulièrement à l’architecture 3D des phases intermétalliques et de silicium. Pour cela, à partir des volumes reconstruits par tomographie nous procédons au traitement des images qui consiste principalement en une segmentation des images. Les images tomographiques sont en général bruitées et une étape de filtrage est nécessaire pour atténuer le bruit. Plusieurs types de filtres existent. Le filtre médian est classiquement utilisé quand il s’agit d’extraire des objets d’une image. Il permet d’éliminer efficacement le bruit aléatoire tout en permettant une bonne préservation des contours des objets. On avait l’habitude d’appliquer des filtres 2D section par section au volume reconstruit, ce qui avait pour effet naturel de déformer les objets dans le plan. Nous disposons aujourd’hui de filtres 3D par le biais du logiciel libre de traitement d’images ImageJ. Ces filtres permettent de filtrer de manière isotrope dans l’espace le volume reconstruit. Après l’opération de filtrage une segmentation des différentes phases est réalisée par un algorithme de seuillage local [116, 135]. La figure I.19 montre les différentes

étapes du traitement d'images appliquées aux volumes reconstruits pour extraire les particules.

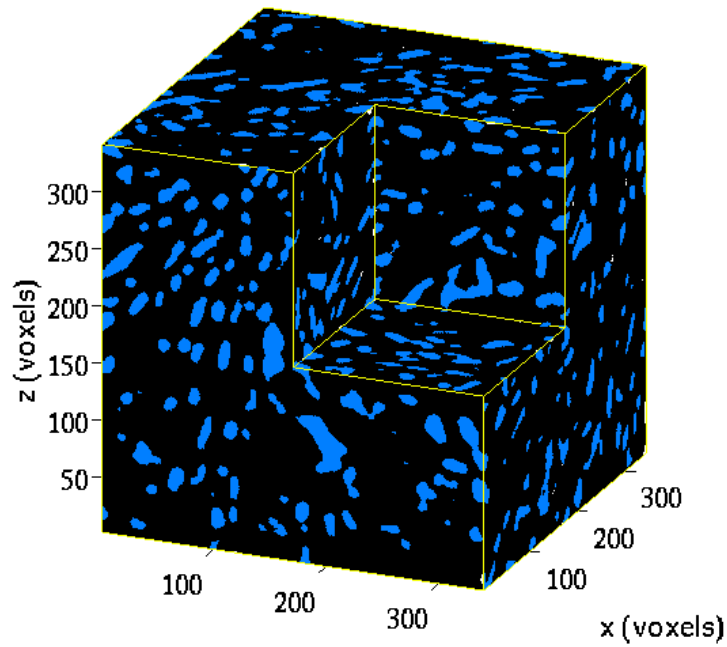


**Figure I.19** – algorithme de segmentation des images

La première étape consiste à appliquer un filtre médian 3D sur l'ensemble des empilements d'images. Puis une segmentation par seuillage local adaptée à chaque phase que l'on veut extraire est appliquée. En dernière position les images binaires ainsi obtenues sont post-traitées par Amira qui peut extraire les isosurfaces 3D des différentes phases. La figure I.21 montre les isosurfaces des particules reconstruites par Amira.



(a) Intermétalliques

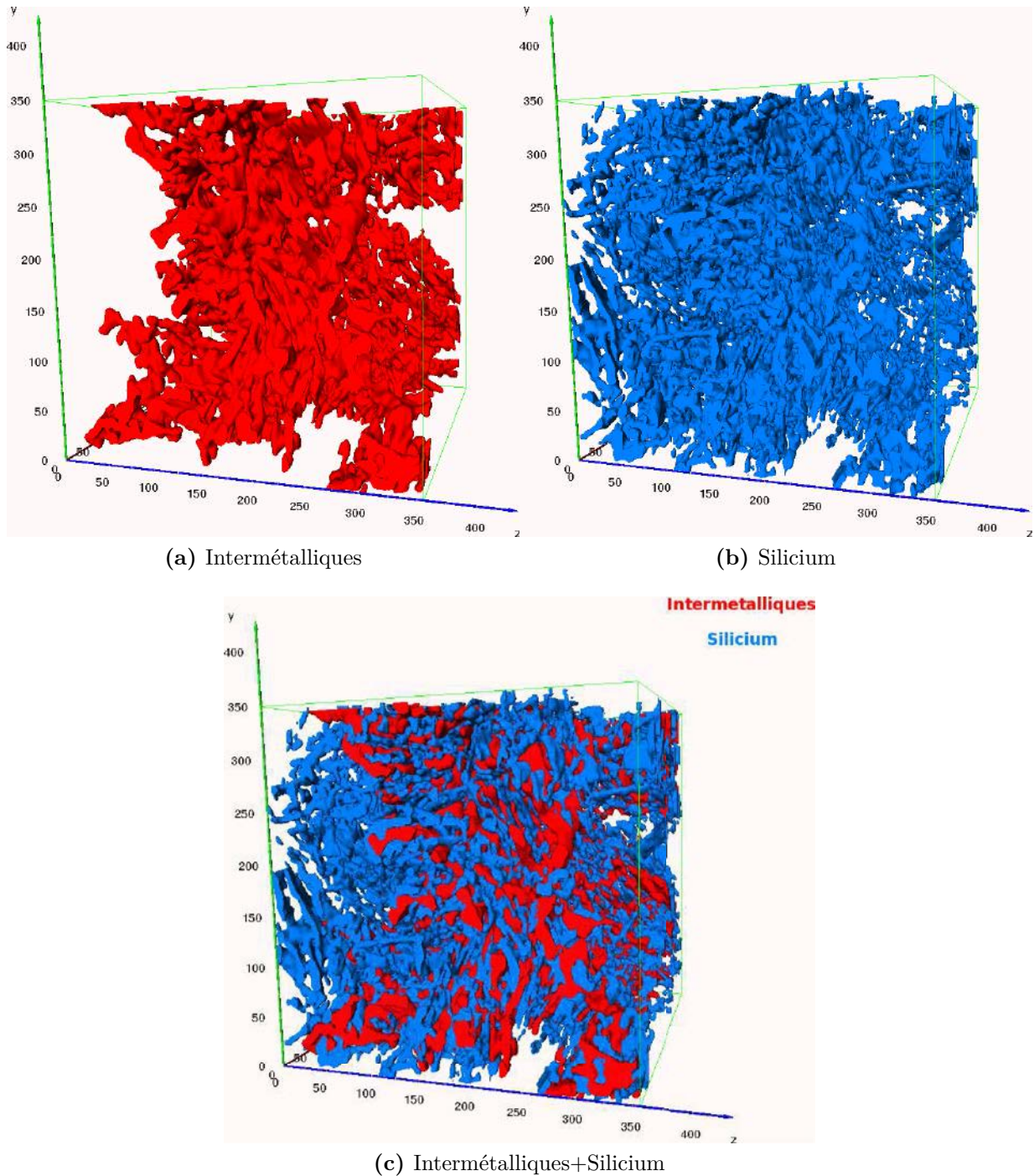


(b) Silicium

**Figure I.20** – Volumes après opération de segmentation - 1 voxel =  $0.3 \mu m$



## I.4 Matériau de l'étude : l'alliage AlSi12Ni



**Figure I.21** – Observation 3D des secondes phases (ID19 ESRF) après traitement thermique de sphéroidisation - 1 voxel =  $0.3 \mu m$

On peut remarquer que les particules intermétalliques et de silicium ont des formes tridimensionnelles interconnectées, une architecture qui ne peut pas être dévinée par des études 2D au microscope. L'étude 3D de tels matériaux est inévitable pour une meilleure compréhension des mécanismes. Par ailleurs la figure I.21(c) montre que les particules de silicium et intermétalliques sont enchevêtrées les unes dans les autres.

### 4.3.3 Propriétés élastiques des différentes phases

Nous avons fait plusieurs indentations notamment sur les intermétalliques et les particules de silicium qui sont facilement discernables au microscope optique. Les détails de la technique sont expliquées dans l'annexe 1. La figure A.5 montre un exemple de courbe force-pénétration de l'indenteur sur un intermétallique. Il faut noter que deux types d'intermétalliques composent notre matériau (voir I.17), mais ils sont quasi indiscernables au microscope optique. Ainsi pour la suite de nos travaux, par souci de simplification, nous regrouperons tous les intermétalliques et considérerons la moyenne de leurs propriétés.

Phases	E (Gpa)	$\nu$	$\sigma_u$ (Mpa)
Silicium	145	0.28	—
Intermetaliques	165	0.28	800 – 1000
Aluminium	70	0.3	—

**Tableau I.3** – Caractéristiques mécaniques retenues pour les différentes phases

### 4.3.4 Comportement mécanique macroscopique du matériau

Dans cette partie nous voulons déterminer les propriétés mécaniques macroscopiques de notre alliage. Pour cela nous avons effectué des essais de compression puis de traction sur notre matériau. La figure I.22 montre les courbes contrainte vraie en fonction de la déformation vraie obtenues pour notre matériau dans les conditions de coulée (courbe bleu) et traité thermiquement (courbe rouge). Nous pouvons d'ores et déjà noter l'effet du traitement thermique sur les propriétés mécaniques de l'alliage. En effet la limite élastique du matériau chute avec le traitement thermique.

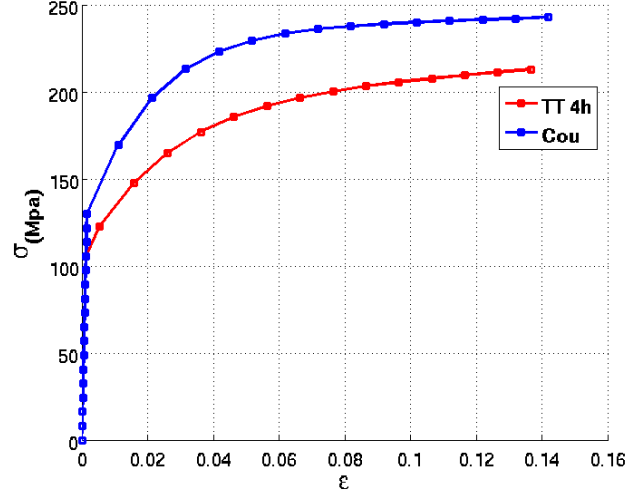


Figure I.22 – Résultats essai de compression

Une loi de Voce étendue (voir (I.1)) a été retenue pour modéliser le comportement du matériau. Elle s'exprime en fonction de la limite d'élasticité  $\sigma_0$ , de la contrainte limite à saturation  $\sigma_u$  ainsi que des paramètres  $b$  et  $\alpha$  qui permettent d'ajuster la courbe.  $\epsilon_p$  est la déformation plastique courante.

$$\sigma_y = \sigma_0 + (\sigma_u - \sigma_0)(1 - \exp(-b\epsilon_p)) + \alpha\epsilon_p \quad (\text{I.1})$$

Les paramètres identifiés pour le matériau dans les conditions de coulée et traité thermiquement sont notés dans le tableau tab.I.4.

Paramètres	Coulée	TT 4H
$\sigma_0$ (Mpa)	130	110
$Q = (\sigma_u - \sigma_0)$ (Mpa)	105.1	62.1
$b$	51.5	28.5
$\alpha$ (Mpa)	55.8	123.8
$E$ (Gpa)	83 Gpa	83 Gpa
$\nu$	0.3	0.3

Tableau I.4 – Tableau récapitulatif des paramètres de la loi de Voce obtenue en compression.

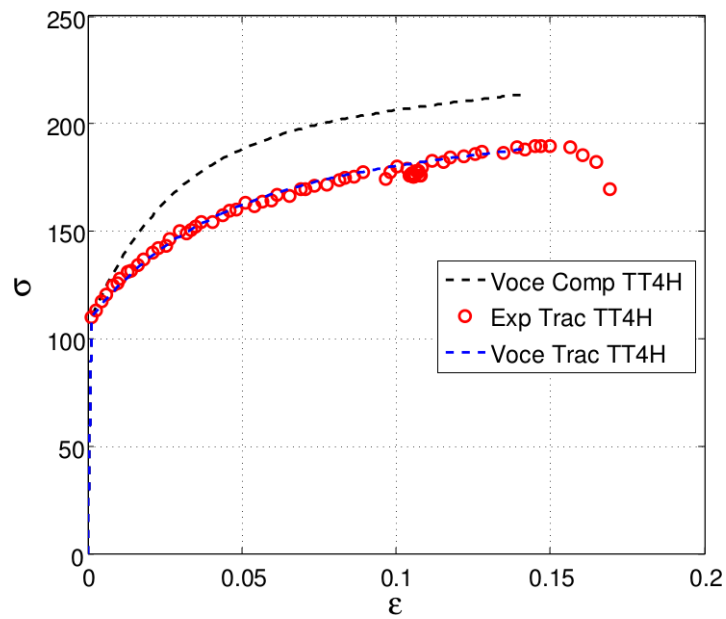
Par ailleurs des essais de traction ont aussi été réalisés sur des éprouvettes traitées thermiquement. Les éprouvettes ont toutes une épaisseur de 3 mm (voir figure A.8).

La figure I.23 montre sur le même graphique les courbes contrainte déformation vraies obtenues à partir des essais de compression et de traction. On peut remarquer que le matériau supporte moins de contrainte en traction qu'en compression. Compte tenu de ce qui avait été remarqué au paragraphe 3.5, cette observation est tout à fait naturelle. En effet il a été



## Chapitre I. MATÉRIAUX ET CONTEXTE INDUSTRIEL

montré d'après [4] que les particules de seconde phase se brisaient massivement lors d'essais de compression rendant ainsi le matériau poreux. On peut imaginer le même scénario pour l'essai de traction. Cependant, les effets de cet endommagement massif sont plus critiques en traction qu'en compression. En compression on referme les pores nouvellement créés par la rupture des particules alors qu'en traction on a tendance à les ouvrir. Cette observation sera discutée plus en détails dans le prochain chapitre. Le tableau I.5 récapitule les paramètres de la loi de Voce identifiée pour l'essai de traction et de compression pour le matériau traité thermiquement.



**Figure I.23** – Comparaison essai de traction et de compression

Paramètres	Traction	Compression
$\sigma_0$ (Mpa)	110	110
$Q = (\sigma_u - \sigma_0)$ (Mpa)	62.1	84.1
$b$	28.5	39.5
$\alpha$ (Mpa)	123.8	143.8
$E$ (Gpa)	83 Gpa	83 Gpa
$\nu$	0.3	0.3

**Tableau I.5** – Comparaison des paramètres identifiés lors d'essais de traction et de compression

## 5 Résumé

Les alliages de coulée avec du silicium sont très utilisés dans le domaine des transports, notamment dans l'industrie automobile. Ils offrent des propriétés mécaniques et thermiques très intéressantes pour une masse volumique relativement basse. Plusieurs nuances d'alliages existent. Ils sont souvent spécifiques à l'enseigne qui les utilise. Les alliages de coulée sont des composites à matrice métallique, où les particules de silicium et intermétalliques jouent le rôle de renforts. Ce sont des matériaux à durcissement structural : des traitements thermiques servent à modifier les microstructures en vue des propriétés recherchées. Des études aux rayons X ont révélé des microstructures très complexes en 3D qui sont dues à la cinétique de solidification de ces alliages et à la nature des éléments d'addition présents. L'alliage AlSi12Ni qui a été choisi pour la suite de nos travaux révèle des microstructures 3D avec des particules très interconnectées et enchevêtrées. Des études de caractérisation par nanoindentation ont été réalisées et révèlent des particules de secondes phases très dures et fragiles avec un module élastique presque trois fois supérieur à celui de la matrice d'aluminium. Des études aux rayons X sur des éprouvettes préalablement comprimées à 45% ont révélé un matériau très poreux à cause de la rupture en masse des particules intermétalliques et de silicium. Cet endommagement massif s'avère avoir une influence non négligeable sur les propriétés macroscopiques de l'alliage. En effet, lors d'essais de compression et de traction dans les mêmes conditions, un écart non négligeable de 30-40 MPa sur la contrainte supportée par le matériau est noté. Ceci met en évidence le caractère très endommageable, même à de petites déformations de ce matériau. Une meilleure compréhension des mécanismes locaux à travers des essais *in situ* est donc nécessaire pour l'étude de l'endommagement. Cela fera l'objet du prochain chapitre.



---

## Chapitre II

---

# IDENTIFICATION DES MECANISMES D'ENDOMMAGEMENT ET DE RUPTURE

## 1 Introduction

Dans le chapitre précédent des essais de traction et de compression macroscopiques ont révélé une différence de comportement notable sur des échantillons dans les mêmes états de traitements thermiques. Ces observations ont motivé des études sur les mécanismes locaux. Nous présentons dans ce chapitre les études que nous avons menées pour comprendre les mécanismes de déformation et d'endommagement à l'échelle de la microstructure. Pour cela nous avons fait deux types d'essais de traction : Des essais de traction *in situ* au microscope électronique à balayage (MEB) permettent d'observer les mécanismes d'endommagement en surface. Vu la complexité des microstructures que nous avons mise en évidence au chapitre 1 des études 2D seules sont insuffisantes. Pour cette raison nous avons aussi fait un essai de traction *in situ* avec observation en tomographie aux rayons X à l'ESRF nous permettant d'observer en volume l'évolution sous chargement de la microstructure. Nous nous intéresserons particulièrement aux mécanismes d'endommagement des particules de secondes phases et nous verrons leurs influences sur l'apparition d'une fissure macroscopique finale.

## 2 Essai *in situ* au microscope électronique à balayage

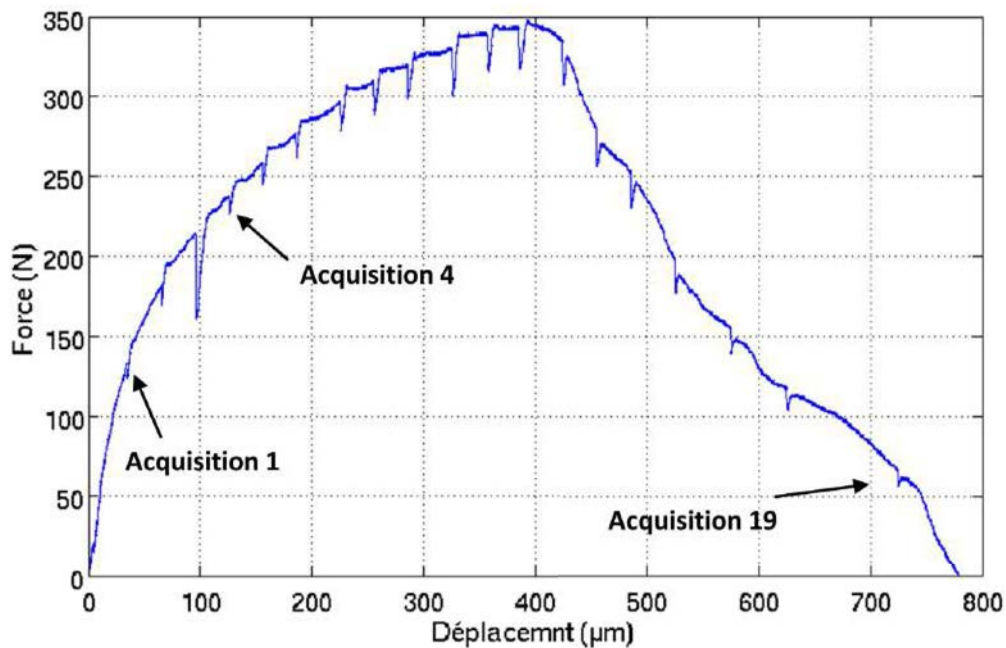
Nous avons effectué des essais de traction *in situ* au MEB afin de pouvoir observer et comprendre les mécanismes d'endommagement à l'échelle de la microstructure. Les études de nano indentation que nous avons menées en Autriche nous ont appris la présence de particules intermétalliques et de silicium très dures par rapport à la matrice. Plusieurs auteurs ont mis en évidence le rôle des particules intermétalliques et de silicium sur les mécanismes d'en-

## Chapitre II. IDENTIFICATION DES MECANISMES D'ENDOMMAGEMENT ET DE RUPTURE

---

dommagement des alliages de coulée [29, 148]. Cependant très peu d'études s'intéressent à des matériaux dont la proportion de ces différentes phases est presque identique, comme c'est le cas dans la nuance d'alliage que nous étudions. Les détails de l'essai sont donnés dans l'annexe 2.

Lors de l'acquisition des images (quelques minutes) l'essai de traction est arrêté. La figure II.1 montre un exemple de courbe force-déplacement, obtenue lors d'un essai de traction sur un échantillon préalablement mis en solution pendant 4h. Les pics de décharge correspondent aux instants d'acquisition des images. Les différentes phases de cette courbe montrent les caractéristiques typiques d'un mécanisme d'endommagement ductile : déformation élasto-plastique puis ruine de la structure



**Figure II.1** – Exemple de courbe force déplacement obtenue après traction *in situ* sur une éprouvette entaillée : Les pics de décharges correspondent aux instants d'acquisition des images

### 2.1 Initiation de l'endommagement de surface

Dans cette partie nous nous intéressons aux mécanismes conduisant à l'apparition de l'endommagement. Afin de vérifier l'influence du traitement thermique sur les mécanismes de germination des cavités, nous avons travaillé sur des échantillons ayant subi un traitement thermique de mise en solution, et d'autres n'ayant subi aucun traitement thermique. Plusieurs zones d'intérêts sont ainsi suivies tout au long de l'essai.

## II.2 Essai *in situ* au microscope électronique à balayage

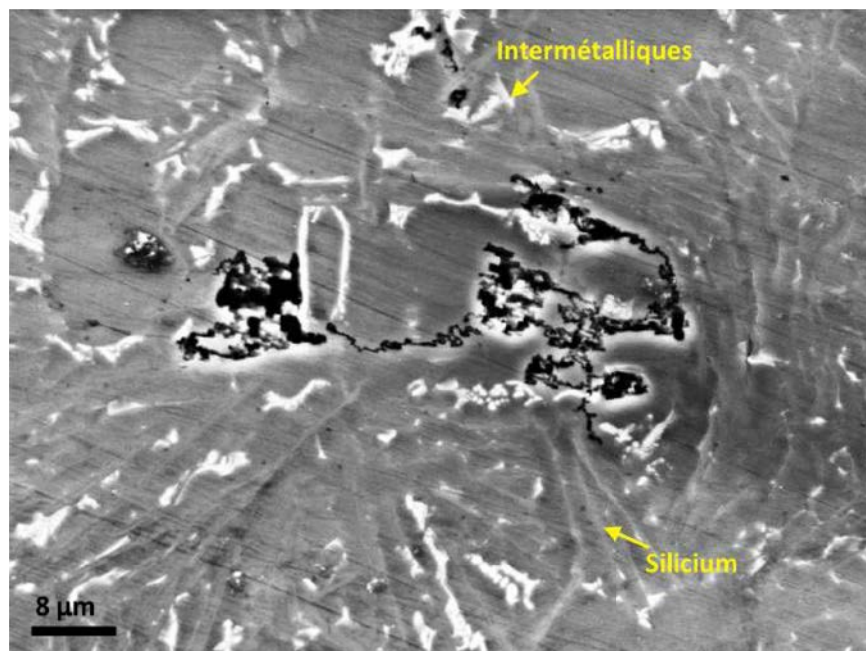
---

Les figures II.2 et II.3 montrent la rupture d'intermétalliques en début de l'essai. Les images ont été prises respectivement à 4% et 3% de déformation totale imposée. La microfissure que l'on observe sur la figure II.2 est en effet une agglomération de plusieurs microfissures qui résultent de la rupture successive d'un amas de particules intermétalliques. Il est à noter que ce phénomène se produit assez brutalement et rapidement ; ce qui laisse deviner le caractère fragile des intermétalliques. Dans les deux cas (traité ou non traité thermiquement) nous avons observé une rupture fragile des intermétalliques dès les premiers instants de la déformation de l'échantillon.

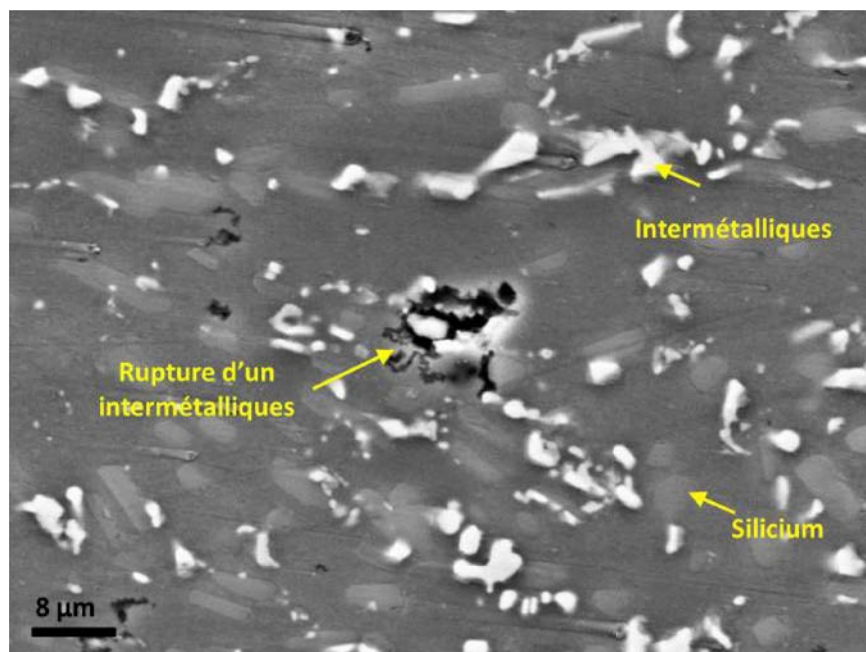
En parallèle, les particules de silicium participent aussi à l'initiation de l'endommagement. Nous avons pu noter au cours de nos expériences d'autres mécanismes de germination par rupture des particules de silicium. Cependant ce phénomène reste rare comparé aux mécanismes de germination par décohesion. Dans la figure II.4, on peut voir les premiers instants de l'apparition d'une microfissure contournant des particules de silicium. Beaucoup d'études [1, 97, 160] ont démontré la prépondérance de la décohesion de l'interface aluminium-silicium dans les mécanismes d'endommagement des alliages Al-Si. Ward et al [161] ont montré (par dynamique moléculaire) que la déformation dans les alliages Al-Si est principalement accommodée par un cisaillement à l'interface aluminium-silicium, contrairement à l'aluminium pur où les mécanismes de déformation sont principalement liés à l'activité des dislocations.

Ainsi une forte déformation plastique de la matrice d'aluminium autour de la particule de silicium conduit généralement à la formation d'une cavité par décohesion. Xia et al. [166], en utilisant des techniques expérimentales comparées à des résultats de modélisation par zone cohésive, montrent que l'énergie de cohésion de l'interface est seulement de  $0.25 \text{ J.m}^{-2}$ . Selon Noreyan et al [112] la résistance au cisaillement de l'interface est bien plus basse que la résistance en traction. De plus l'orientation géométrique de l'interface n'a aucune influence sur la résistance au cisaillement de l'interface qui ne dépend que de la désorientation cristallographique locale.

Par ailleurs, pour l'ensemble des essais que nous avons effectués, nous avons rarement observé des mécanismes de germination par décohesion de l'interface aluminium-intermétallique. A notre connaissance, aucune étude ne s'est intéressée jusque-là aux propriétés de l'interface entre les particules intermétalliques et la matrice d'aluminium. Les particules intermétalliques se rompant essentiellement par clivage on peut penser que l'interface aluminium-intermétallique a une résistance élevée.

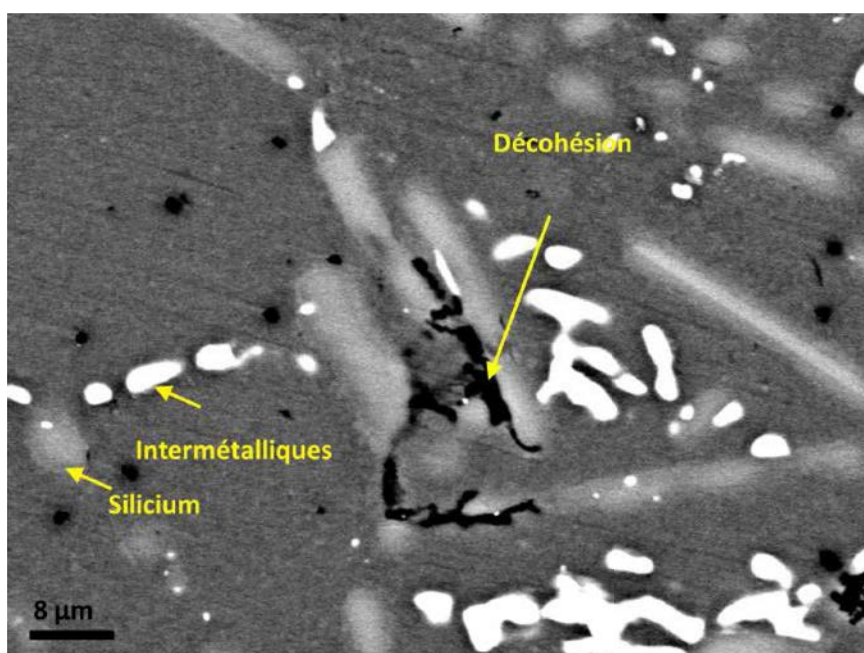


**Figure II.2** — Germination d'une cavité par rupture d'une particule intermétallique en début d'essai :  
*Eprouvette non traitée thermiquement*

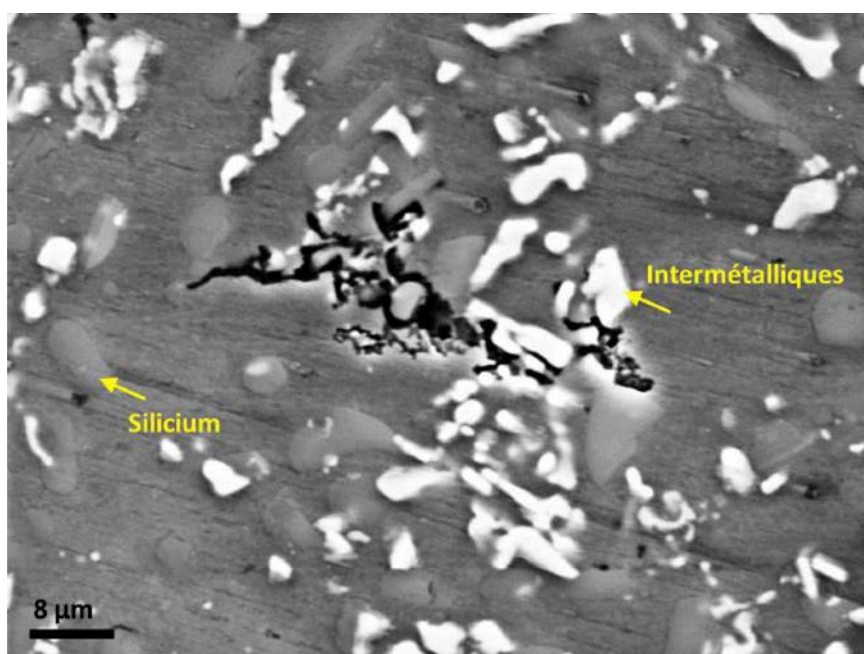


**Figure II.3** — Germination d'une cavité par rupture d'une particule intermétallique en début d'essai :  
*Eprouvette préalablement mise en solution*





**Figure II.4** — Germination d'une cavité par décohésion autour d'une particule de silicium en début d'essai : *Eprouvette préalablement mise en solution*



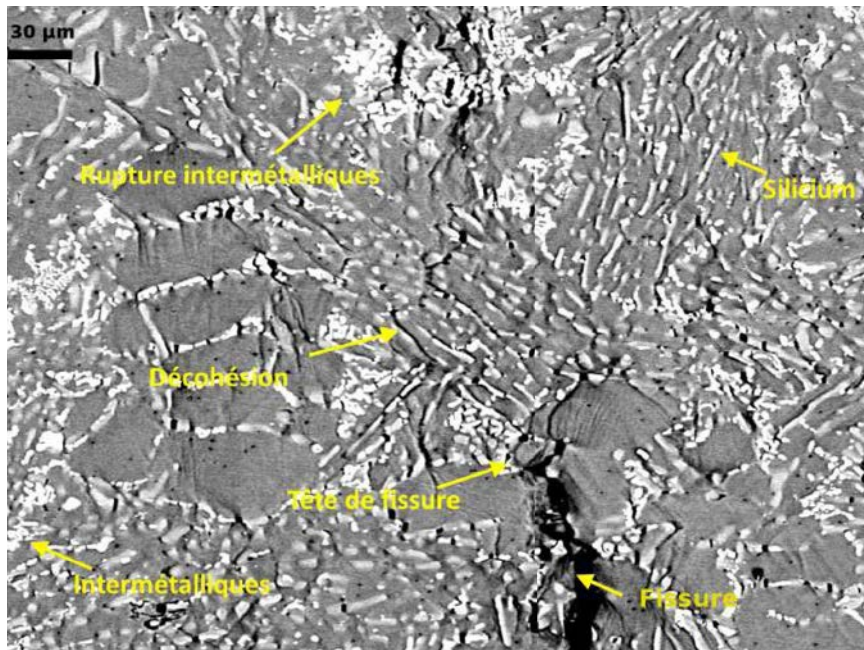
**Figure II.5** — Germination d'une cavité par rupture d'un intermétallique en début d'essai : *On observe ici une cavité qui s'est initialement créée par la rupture d'un intermétallique puis s'est légèrement propagée aux environs notamment par décohésion d'une particule de silicium*



### 2.2 Propagation de fissure en surface

Dans la quasi-totalité des essais que nous avons menés, la rupture finale de l'éprouvette se fait par la propagation d'une fissure macroscopique. Cette fissure prend en général naissance à quelques millimètres du bord de l'échantillon et se propage orthogonalement à la direction de traction. La fissure macroscopique se crée en général par croissance-coalescence des microfissures initialement créées par rupture-décohésion des particules de secondes phases. Une fois que la fissure macroscopique commence à se propager, on note que l'endommagement reste localisé en pointe de fissure. L'apparition de la fissure se traduit par la décroissance de l'effort sur la courbe de traction. Nous remarquons que la trajectoire de la fissure n'est pas droite et reste très influencée par la microstructure locale (figure II.6).

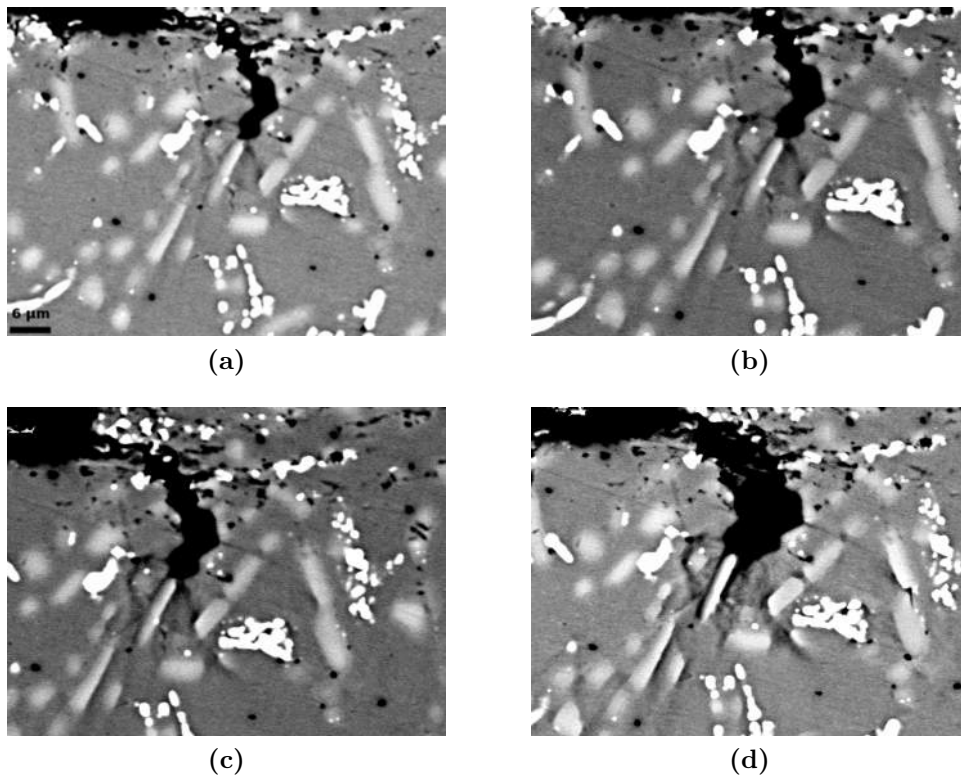
La figure II.6 montre les mécanismes d'endommagement à la pointe de la fissure lors de la propagation. Les mécanismes d'endommagement en pointe de fissure restent identiques à ceux qui avaient été mentionnés dans le paragraphe précédent. En effet, on peut observer la rupture d'un amas de particules intermétalliques en amont de la fissure donnant naissance à plusieurs cavités. On note aussi beaucoup de décohésions entre la matrice et les particules de silicium qui donnent naissance à des cavités minces et allongées s'orientant dans le même sens que les particules de silicium. Par leur forme on peut aisément les assimiler à des microfissures.



**Figure II.6** – Propagation d'une fissure à travers la zone eutectique : *Eprouvette préalablement mise en solution*

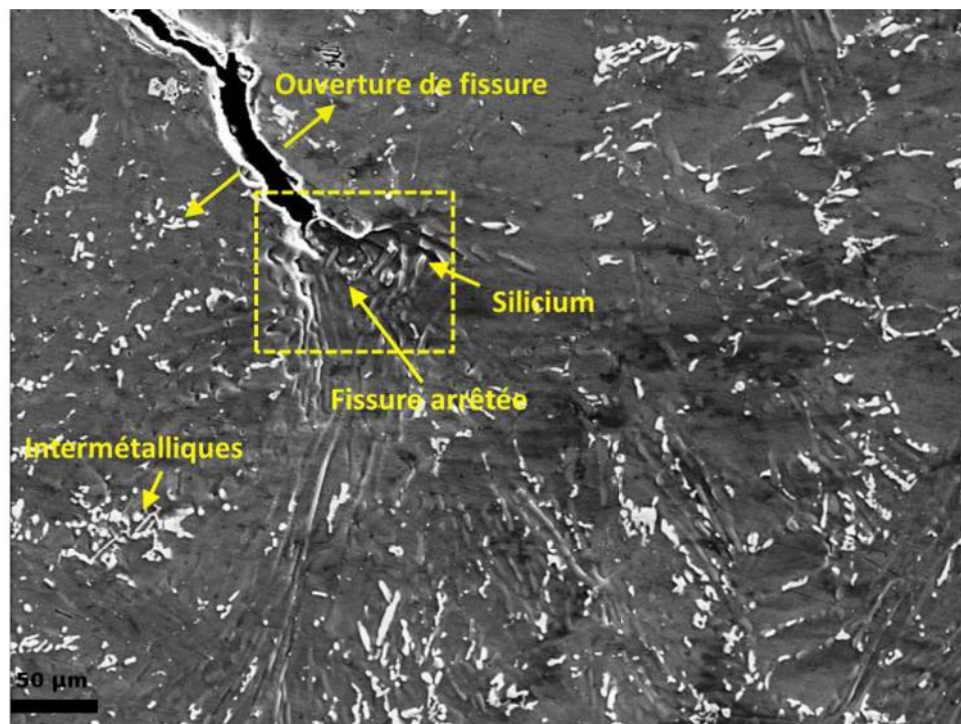
## II.2 Essai *in situ* au microscope électronique à balayage

Ces microfissures contribuent fortement à dévier le parcours de la fissure. Celle-ci se propage à l'interface entre les particules de silicium et la matrice aluminium. La figure II.7 montre la propagation d'une fissure au voisinage d'une particule de silicium. On peut voir que la fissure est légèrement déviée de sa trajectoire et continue sa progression par une décohésion progressive de la particule de silicium.

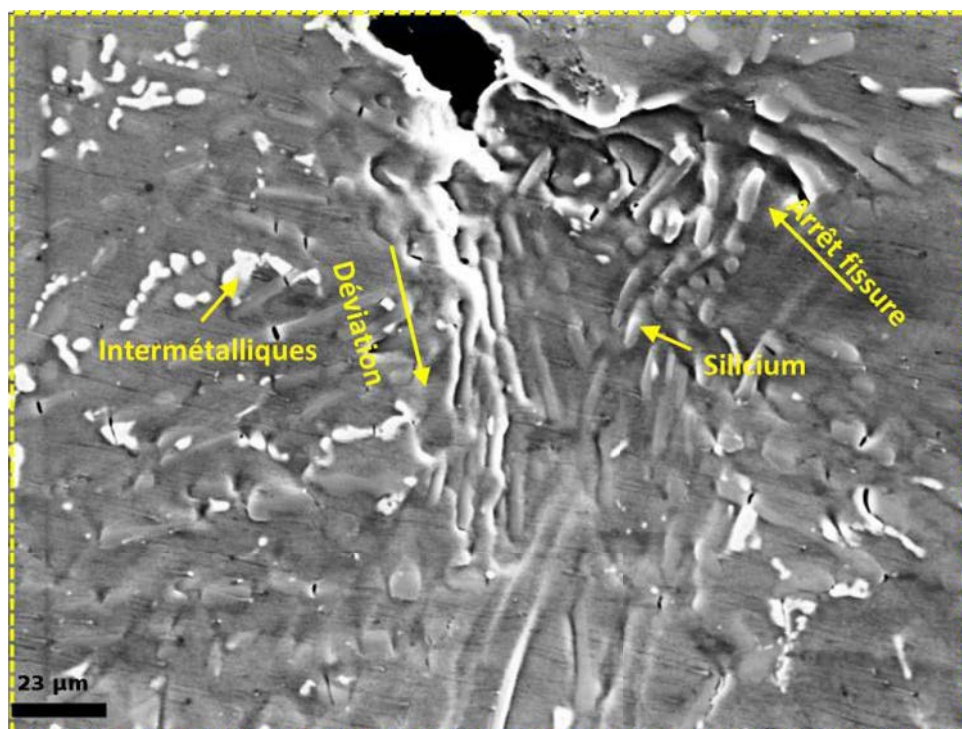


**Figure II.7** – Propagation d'une fissure au voisinage d'une particule de silicium

Bien qu'elles aident à la propagation de la fissure, les particules de silicium peuvent aussi arrêter la fissure lorsque leur orientation n'est pas adéquate à un cisaillement de l'interface. La figure II.8 montre un exemple d'arrêt de fissure par le réseau de particules de silicium. On peut voir que les particules de silicium sont orientées perpendiculairement à la direction de propagation. Cet arrêt de propagation s'explique essentiellement par le fait qu'une très grande énergie est nécessaire pour casser les particules de silicium qui sont par nature très dures et tenaces. En observant, à plus fort grossissement, on peut voir que la tête de la fissure a tendance à dévier et à prendre la direction de l'orientation des particules de silicium. Cela démontre le rôle important de la microstructure sur les mécanismes d'endommagement de cet alliage.



(a) Fissure arrêtée



(b) Agrandissement de la zone en tête de fissure

**Figure II.8** – Visualisation de l'arrêt d'une fissure par un réseau de particules de silicium



### 2.3 Résumé des mécanismes d'endommagement de surface

La figure II.9 montre les mécanismes d'endommagement que nous avons identifié. Ces mécanismes se résument en :

- Rupture par clivage des particules intermétalliques .
- Décohésion de l'interface Silicium-Aluminium.
- Propagation d'une macro-fissure dont la direction de propagation est très localement influencée par la microstructure.

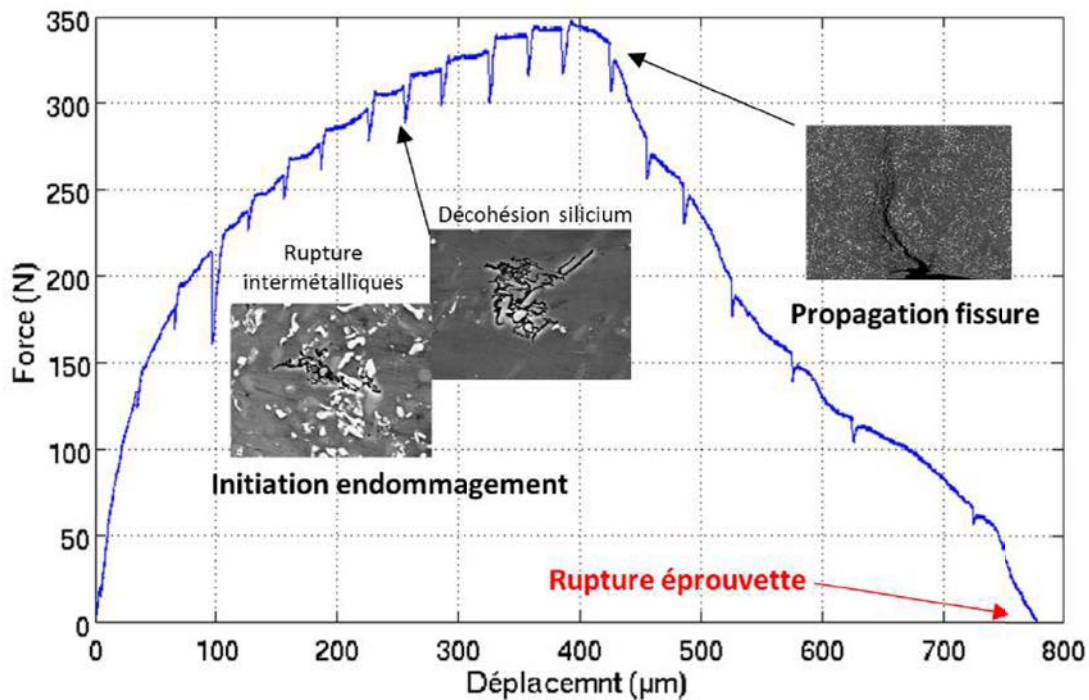


Figure II.9 – Résumé des mécanismes d'endommagement dans l'alliage AlSi12Ni

## 3 Essai *in situ* en tomographie aux rayons X à l'ESRF

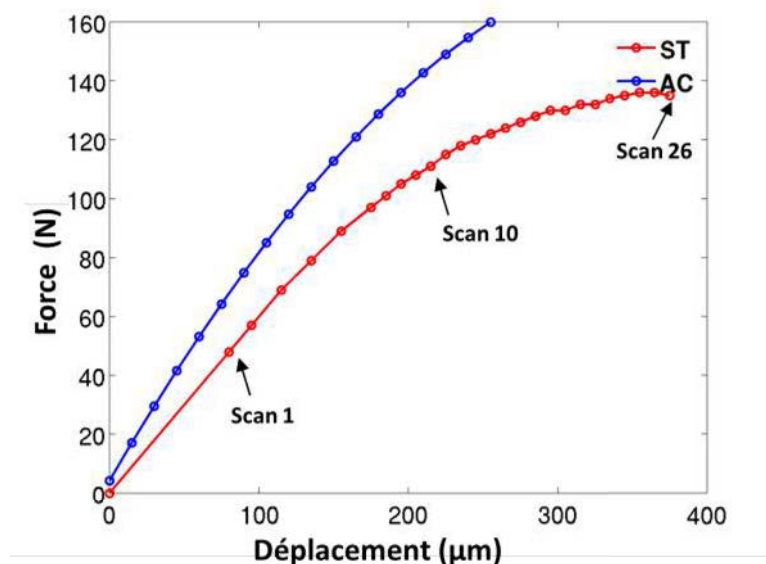
Des études 2D à haute résolution au microscope électronique à balayage ont révélé des mécanismes d'endommagement contrôlés par la rupture des particules de seconde phase. Mais vu la complexité des microstructures 3D qui a été mise en évidence dans le paragraphe 4.3.2, les conclusions issues des études 2D seules sont insuffisantes. Il est donc naturel d'avancer vers des investigations 3D qui permettraient de mieux comprendre les mécanismes d'endommage-

## Chapitre II. IDENTIFICATION DES MECANISMES D'ENDOMMAGEMENT ET DE RUPTURE

---

ment de notre matériau. Pour cela un essai *in situ* en tomographie aux rayons X a été réalisé à l'ESRF. Nous présenterons dans l'annexe 2 l'expérience qui a été menée et les différents moyens de caractérisation qui ont été développés pour le suivi de l'évolution des microstructures 3D sous chargement.

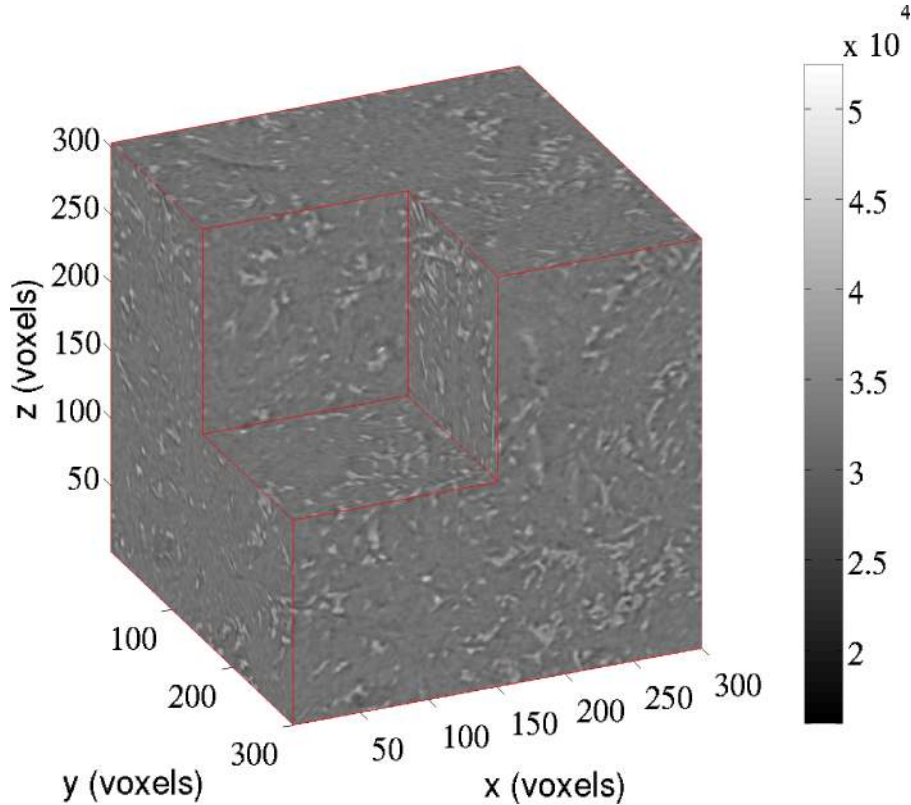
Un essai de traction piloté en déplacement imposé a été réalisé en mesurant l'écartement relatif des mors. une cellule de force permet de mesurer l'effort au cours de la traction. La vitesse de déformation imposée est de l'ordre de  $10^{-4}\text{s}^{-1}$ . La figure II.10 montre la courbe force-déplacement obtenue après l'essai. Nous avons effectué 26 scans entre l'état non sollicité et la rupture de l'éprouvette.



**Figure II.10** — Courbe force déplacement obtenue à partir de l'essai de traction : la courbe en bleu représente la courbe force déplacement de l'éprouvette dans les conditions de coulée et la rouge celui qui a été mis en solution

### 3.1 Suivi de l'évolution de la microstructure pendant la traction

Après l'essai de traction, des algorithmes de reconstruction développés à l'ESRF ont été utilisés pour reconstituer la microstructure 3D de l'alliage. La figure II.11 montre un volume choisi au hasard dans l'échantillon. Les images sont codées en 16 bit. On voit apparaître ici les particules intermétalliques en blanc, noyées dans la matrice d'aluminium en gris. Les particules de silicium sont indiscernables car leur coefficient d'atténuation est presque identique à celui de l'aluminium. Une tomographie en contraste de phase est nécessaire pour pouvoir les observer [16]. A priori la répartition des phases intermétalliques est isotrope dans le volume, les sections des particules intermétalliques sont identiques dans les trois directions. Dans cette partie nous voulons observer l'évolution de la microstructure tout au cours de l'essai de traction. Pour cela des outils doivent être développés.



**Figure II.11** — Microstructure de l'alliage après reconstruction : l'image est ici codée en 16 bits. Particules intermétalliques en blanc, matrice en gris. 1 voxel =  $(1.4)^3 \mu\text{m}^3$

### 3.1.1 L'intercorrélation : notions de base et mise en œuvre

Dans le cas unidimensionnel le concept d'intercorrélation vise à extraire le taux de ressemblance entre deux signaux. La définition mathématique de ce concept est, pour deux signaux unidimensionnels  $f$  et  $g$  :

$$r(u) = (g \star f)(u) = \sum_{i=-N}^N g(x)f(x-u) \quad (\text{II.1})$$

En traitement du signal, cette formule se traduit par la recherche du retard  $u$  qui maximise la ressemblance de  $f$  et  $g$  pour que leur somme s'effectue de manière cohérente [66]. En d'autres termes, on obtient le maximum de ressemblance pour le maximum du coefficient d'intercorrélation  $g \star f$ . Le calcul intégral de  $g \star f$  peut être mené dans l'espace réel ou dans l'espace de Fourier. La transformée de Fourier a l'avantage de pouvoir décomposer la fonction  $TF(g \star f)$  en un produit dans l'espace de Fourier :

$$TF(g \star f) = TF(g) \times TF(f) \quad (\text{II.2})$$

Il se pose maintenant la question de la mise en œuvre efficace de cet estimateur. En effet, le calcul de la transformée de Fourier continue peut être coûteux en temps de calcul, notamment pour des signaux de très grande taille (image haute résolution). Cooley et Tuckey [34] ont proposé en 1965 la FFT (transformée de Fourier rapide), un fameux algorithme qui a révolutionné le monde du traitement du signal. La transformée de Fourier peut désormais être calculée de manière très rapide. Cet algorithme a été utilisé pour le calcul du coefficient d'intercorrélation.

### 3.1.2 Recherche de ressemblance d'images dans les séquences temporelles : Application à un essai insitu

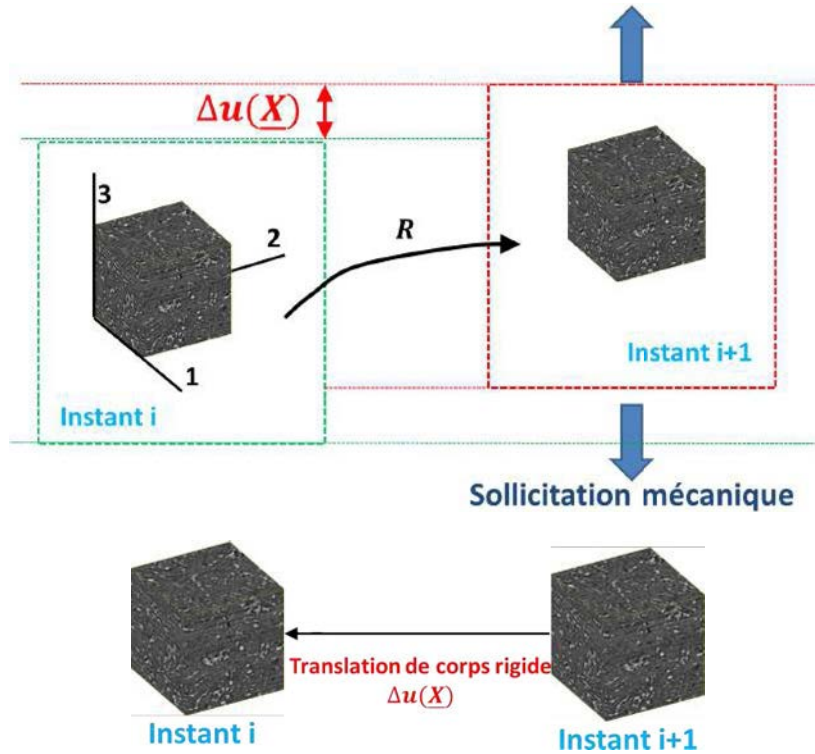
Ce qui nous intéresse dans notre étude c'est de calculer le déplacement d'un volume (plusieurs images 2D) quelconque pris dans l'éprouvette en trouvant ses homologues (maximum de ressemblance) à chaque état de déformation. En retrouvant l'analogue d'un volume donné à chaque état de déformation, on peut suivre l'évolution de la microstructure locale. Un point fondamental dans la méthode d'intercorrélation pour identifier l'analogue d'un volume quelconque est la disponibilité d'une texture (marquage). Nous travaillons avec des images tomographiques obtenues à l'ESRF. Les images sont naturellement texturées par la microstructure avec des contrastes de particules intermétalliques jouant le rôle de repère, une intercorrélation peut être envisagée sur les images brutes. Cependant, une précaution doit être prise car les

### II.3 Essai *in situ* en tomographie aux rayons X à l'ESRF

images sont souvent bruitées et de légères fluctuations locales sur les niveaux de gris des images reconstruites peuvent être observées. On peut ainsi modifier l'équation (II.1) en la normalisant et en remplaçant  $f$  et  $g$  par la différence  $(f - \bar{f}_D)$  et  $(g - \bar{g}_D)$ . On obtient l'équation :

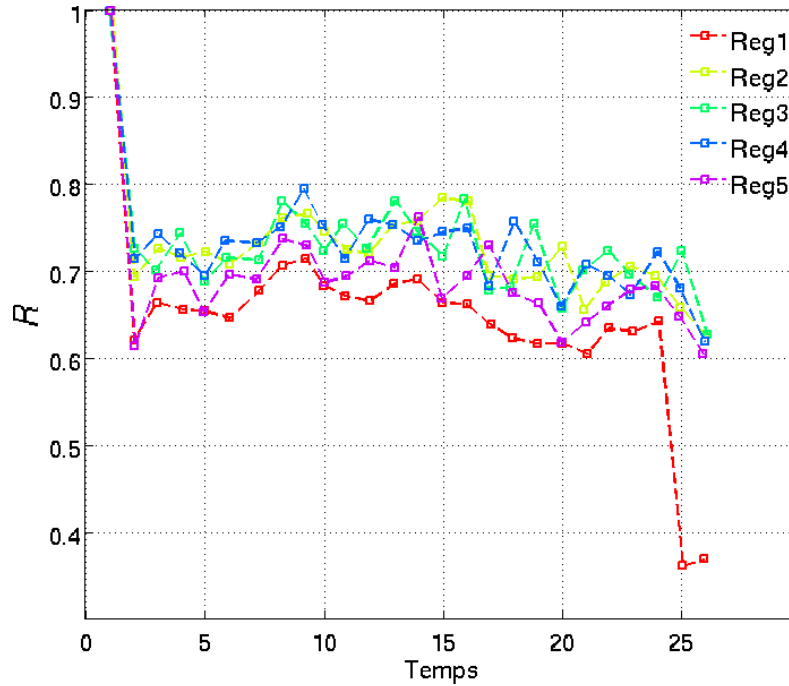
$$R(\mathbf{u}) = \frac{\sum_{i \in D} (f - \bar{f}_D) \cdot (g - \bar{g}_D)}{\sqrt{\sum_{i \in D} (f - \bar{f}_D)^2} \cdot \sqrt{\sum_{i \in D} (g - \bar{g}_D)^2}} \quad (\text{II.3})$$

$\bar{f}_D$  et  $\bar{g}_D$  représentent les moyennes de  $f$  et  $g$  respectivement. Cette nouvelle formulation du coefficient d'intercorrélation n'est pas dépendante de la variation de brillance et de contraste [40]. La figure II.12 résume le fonctionnement de l'algorithme de recherche que nous avons mis en place. Les pas de chargement étant petits, l'intercorrélation permet de suivre relativement bien le trajet d'un volume élémentaire lors du chargement. Ainsi l'image de référence  $f$  est mise à jour à chaque incrément de temps en la remplaçant par son homologue  $g$  dans le volume courant. La figure II.13 représente l'évolution du coefficient d'intercorrélation pour plusieurs volumes aléatoirement choisis dans l'échantillon. Le premier point des courbes correspond à une autocorrélation car le volume de référence  $f$  est corrélé à lui-même, il vaut donc 1. Pour tous les autres états on a une moyenne de coefficient de corrélation égal 0.7.



**Figure II.12** – Principe de la recherche du volume correspondant lors de la traction *in situ*





**Figure II.13** — Evolution du coefficient d'intercorrélation maximum  $R$  en fonction du temps pour différents volumes choisis dans l'échantillon : la taille de chacune des volumes fait  $(150 \times 150 \times 150) \mu m^3$

### 3.1.3 Identification d'un volume élémentaire représentatif (VER) :

Observer les phénomènes physiques mis en jeu lors de la traction *in situ* à l'échelle microscopique nécessite de déterminer au minimum un volume élémentaire représentatif (VER) pour décrire le matériau. Ce volume élémentaire doit vérifier deux conditions :

- Être plus grand que la taille des éléments constitutifs pour permettre une représentation statistique correcte du matériau.
- Être plus petit que la taille de la structure étudiée correspondant ici à l'éprouvette de traction.

Pour comprendre le concept de VER il est commode de considérer la valeur de la fraction volumique des éléments constitutifs du matériau, et sa variation en fonction du volume d'évaluation. En pratique quand ce volume est assez grand par rapport à la dimension caractéristique des différents éléments, la fraction volumique des éléments constitutifs est alors représentative de sa valeur moyenne dans le matériau. En revanche, quand ce volume n'est pas assez grand les valeurs de la fraction volumique des éléments fluctuent selon le volume d'évaluation. On appelle alors VER le volume au delà duquel la fraction volumique ne varie plus. Les propriétés représentatives du matériau ne peuvent être étudiées que pour des volumes supérieurs ou égaux au VER.

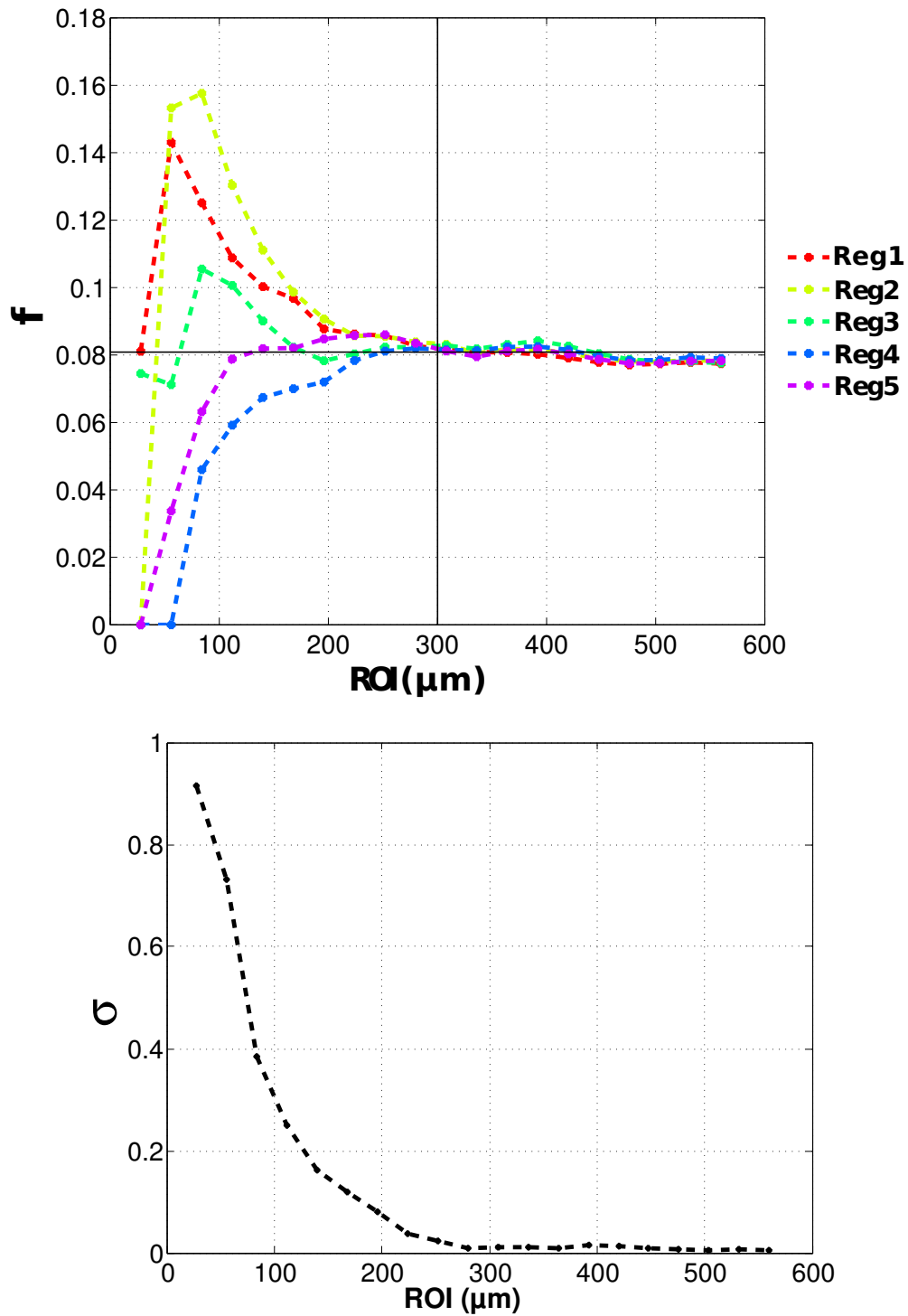
Les images tomographiques sont un moyen robuste pour déterminer la taille du VER. Dans notre cas, les éléments constitutifs sont les particules de seconde phase (intermétalliques et silicium) noyées dans une matrice d'aluminium. Cependant les images tomographiques obtenues à l'ID15 de l'ESRF ne permettent pas de segmenter les particules de silicium ; en revanche les intermétalliques peuvent l'être. En notant que la fraction volumique des particules de silicium est supérieure à celle des intermétalliques on peut considérer que la définition du volume élémentaire représentatif est contrôlée par la fraction volumique de particules intermétalliques.

La figure II.14(a) représente l'évolution de la fraction volumique de particules intermétalliques en fonction de la taille du volume d'évaluation prise dans différentes régions. La figure II.14(b) représente l'évolution du rapport de l'écart-type sur la moyenne des fractions volumiques en fonction de la taille du volume d'évaluation. On peut ainsi remarquer que la fraction volumique des particules intermétalliques ne varie plus à partir de  $300\ \mu m$  pour une fraction volumique restant constante à 8%. En parallèle le rapport de l'écart-type sur la moyenne devient quasiment nul.

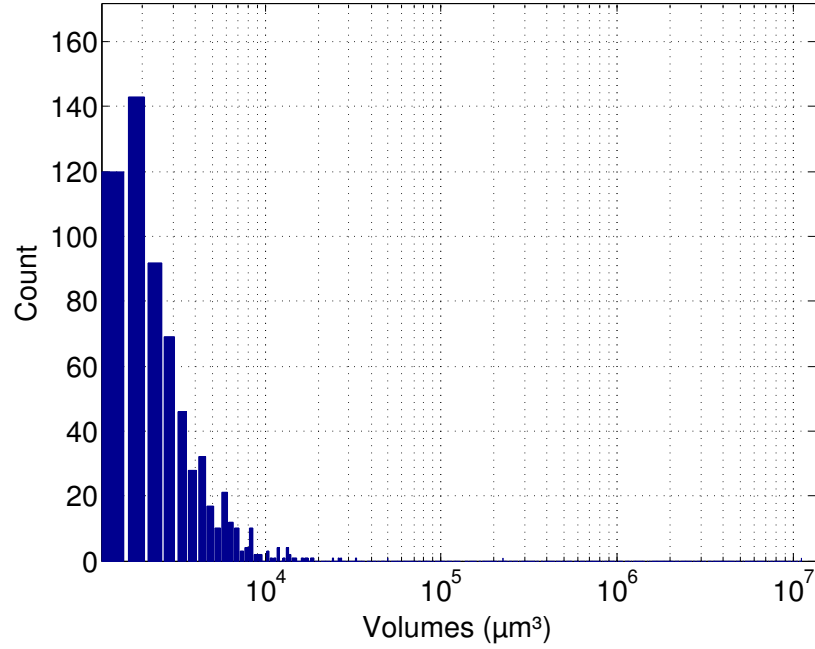
### 3.1.4 Répartition volumique et numérique des particules intermétalliques

Les particules intermétalliques ont une forme 3D très complexe. Elles peuvent se présenter comme des branches interconnectées les unes aux autres traversant tout le volume que l'on observe. La figure II.15 représente l'histogramme de la répartition numérique et de la fraction numérique cumulée en fonction du volume des particules intermétalliques. On peut remarquer que les petites particules (dont le volume est inférieur à 1000 voxels) représentent près de 90 % du nombre total de particule .

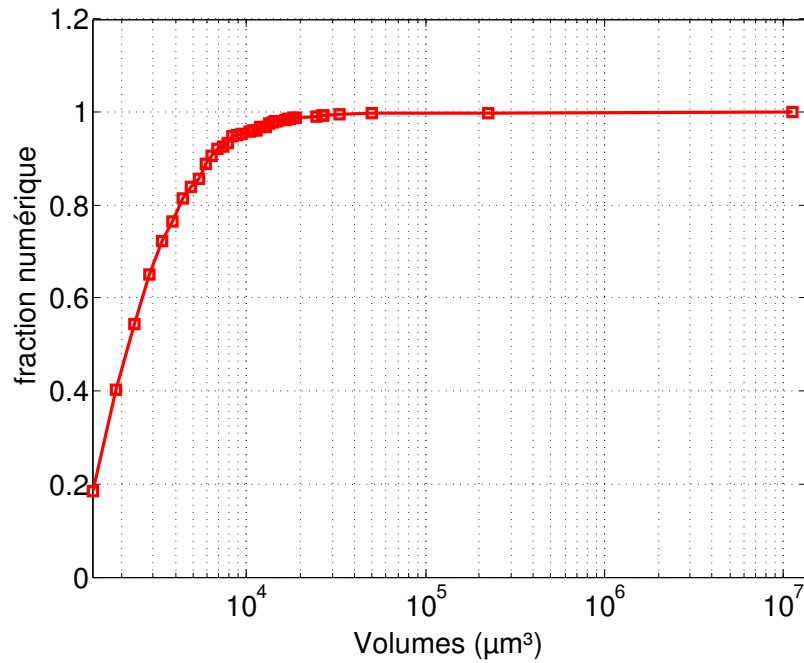
Par ailleurs la figure II.16 représente la distribution de la fraction volumique (volume de la particule rapporté au volume totale de particules) des particules intermétalliques en fonction de leur volume. L'ensemble des petites particules représente moins de 10 % du volume totale des particules. Une seule particule représente près de 70% du volume total des particules intermétalliques. Il s'agit de la particule la plus grande qui se ramifie dans tout le volume observé.



**Figure II.14** – Identification d'un VER : (a) Evolution de la fraction volumique notée  $f$  en fonction de la taille du volume d'évaluation noté  $ROI$  pour différentes régions (b) évolution de l'écart-type normalisé  $\sigma$  par la moyenne en fonction de l'évolution de la taille du volume d'évaluation.

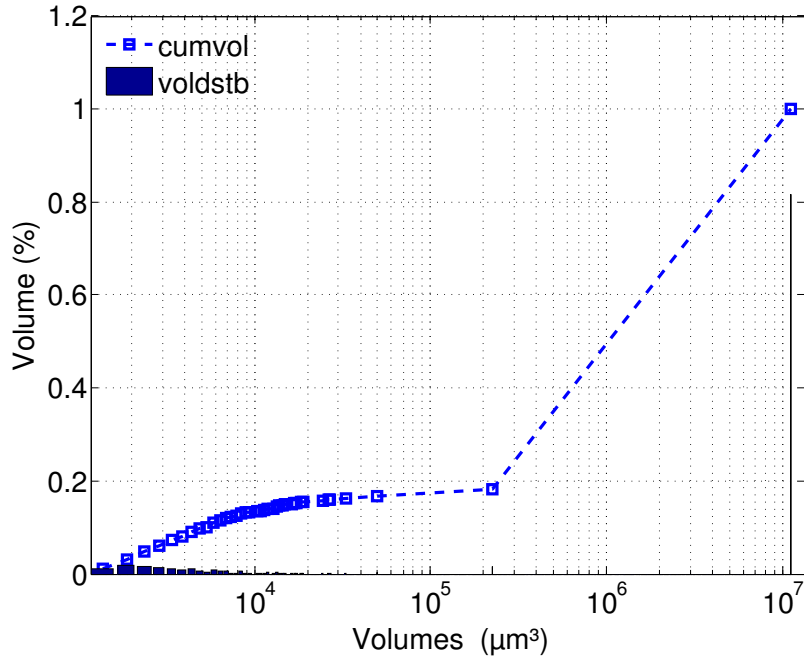


(a) Répartition numérique



(b) Fraction numérique cumulée

Figure II.15 – Répartition numérique des particules intermétalliques



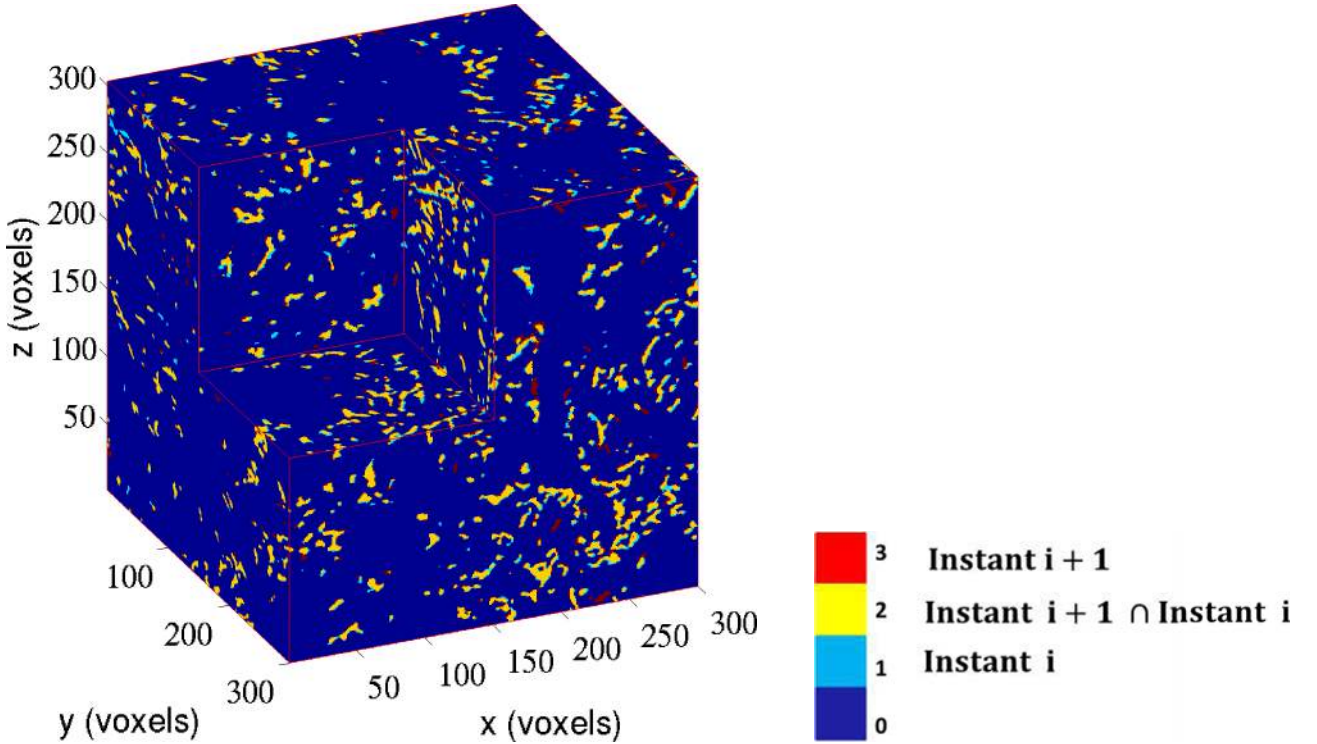
(a) Fraction numérique cumulée

Figure II.16 — Répartition volumique des particules intermétalliques

## 3.2 Rupture des particules intermétalliques

### 3.2.1 Principe de la superposition des volumes homologues

Avec la méthode de l'intercorrélation on peut suivre l'évolution d'un volume élémentaire tout au long de l'essai en estimant son déplacement selon les trois axes de coordonnées. L'étape suivante consiste à estimer l'évolution de la microstructure en fonction de la déformation imposée. Pour cela nous avons choisi de procéder en superposant le volume élémentaire de référence avec son homologue retrouvé par intercorrélation. Avant cette opération une segmentation des volumes est réalisée afin d'extraire les particules intermétalliques selon le procédé décrit dans le paragraphe I.19. Le but ici est de pouvoir estimer la perte de connectivité entre les particules intermétalliques. Une opération d'intersection est alors réalisée. La figure II.17 montre la mise en œuvre de cette opération entre un volume élémentaire choisi à l'état de chargement 6 et son homologue à l'état 7 retrouvé par intercorrélation.

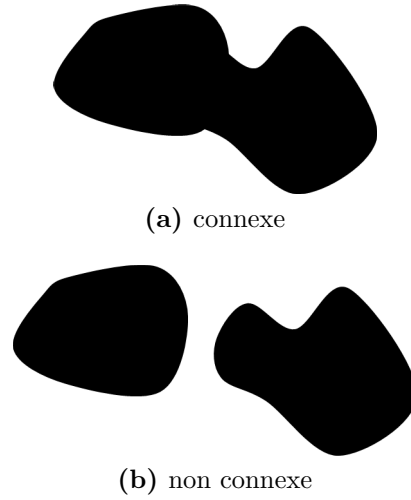


**Figure II.17** — Exemple de superposition de deux volumes retrouvés à deux états successifs : *Avant la superposition les deux volumes sont d'abord segmentés. Ensuite une opération d'intersection est réalisée. Les zones apparaissant en rouge (label 3) sont les particules à l'état  $i + 1$ . Les zones en bleu clair (label 1) sont les particules à l'état  $i$ . Les zones en jaune (label 2) sont les intersections entre  $i$  et  $i + 1$*

Les particules intermétalliques dans le volume 6 sont labellisées avec le label 1, ceux dans le volume 7 sont labellisées avec le label 3. L'intersection des deux volumes porte le label 2, la matrice d'aluminium porte le label 0. On peut estimer l'efficacité de cette méthode à travers la figure II.17 car on peut voir que les deux microstructures se superposent presque parfaitement. Ce nouveau volume crée est particulièrement intéressant car il permet maintenant de détecter la perte de connectivité des particules intermétalliques entre chaque incrément de déformation imposée.

### 3.2.2 Algorithme pour décrire la rupture des particules intermétalliques

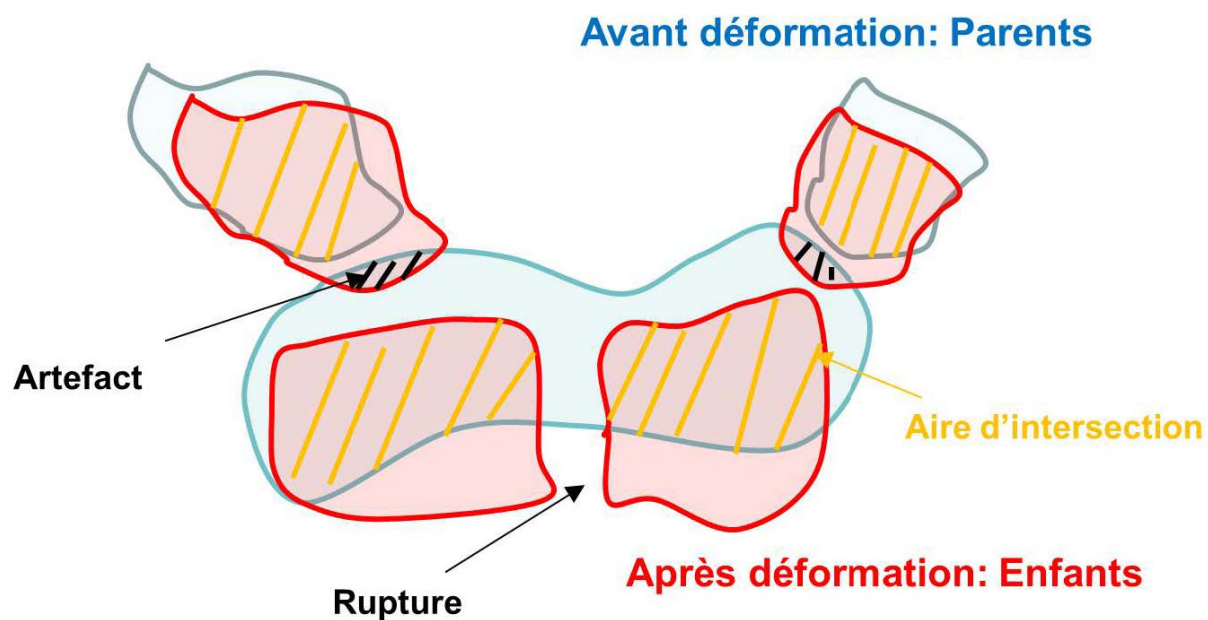
Il s'agit ici de détecter à quel moment un intermétallique présent dans un volume de référence se brise lors de la traction *in situ*. Pour cela on doit calculer la connexité des objets présents dans le volume considéré, on identifie ainsi les objets présents à tous les instants en comptant tous les éléments connectés. La figure II.18 représente schématiquement la définition d'un ensemble connexe et non connexe. La rupture d'un intermétallique lors de la sollicitation mécanique peut se traduire par une perte de connexité entre deux ensembles initialement connectés.



**Figure II.18** – Illustration de deux objets connectés et déconnectés

La comparaison des objets présents entre un instant  $i$  et  $i + 1$ , permet d'associer à une particule parent, les particules enfants qui se sont créés par rupture de ce dernier. Pour cela nous avons développé un algorithme qui, se basant sur un critère de superposition maximale de la particule à l'instant  $i$  et  $i + 1$ , permet de retrouver ses enfants. La figure II.19 schématise la configuration lorsque l'on superpose deux volumes consécutifs. Les particules parents dans le volume  $i$  sont représentées en bleu ; les particules enfants dans le volume  $i + 1$  sont représentées en rouge. Entre l'instant  $i$  et  $i + 1$  la déformation imposée étant supposée petite les particules enfants sont légèrement translatés pour représenter la déformation du volume. L'aire d'intersection des particules parents et enfants est représentée en jaune.

Il est aussi représenté l'éventualité d'avoir des artefacts dus à cette translation. Ces types d'intersections sont hachurées en noir. L'algorithme se basant sur un critère d'intersection maximale, est codé pour pouvoir reconnaître les particules enfants d'une particule parent donnée même avec la présence de ces artefacts. Le principe est simple. Vu que nous faisons une hypothèse de petite déformation, l'aire d'intersection hachurée en jaune doit nécessairement être plus grande que l'aire hachurée en noir. Le critère consiste donc à octroyer une particule enfant donnée au parent avec lequel elle partage la plus grande aire d'intersection.



**Figure II.19** — Représentation schématique lors de la superposition de deux volumes : La particule parent est représentée en bleu. Les particules enfants après déformation en rouge. En jaune l'intersection entre les particules enfants et parents.



## Chapitre II. IDENTIFICATION DES MECANISMES D'ENDOMMAGEMENT ET DE RUPTURE

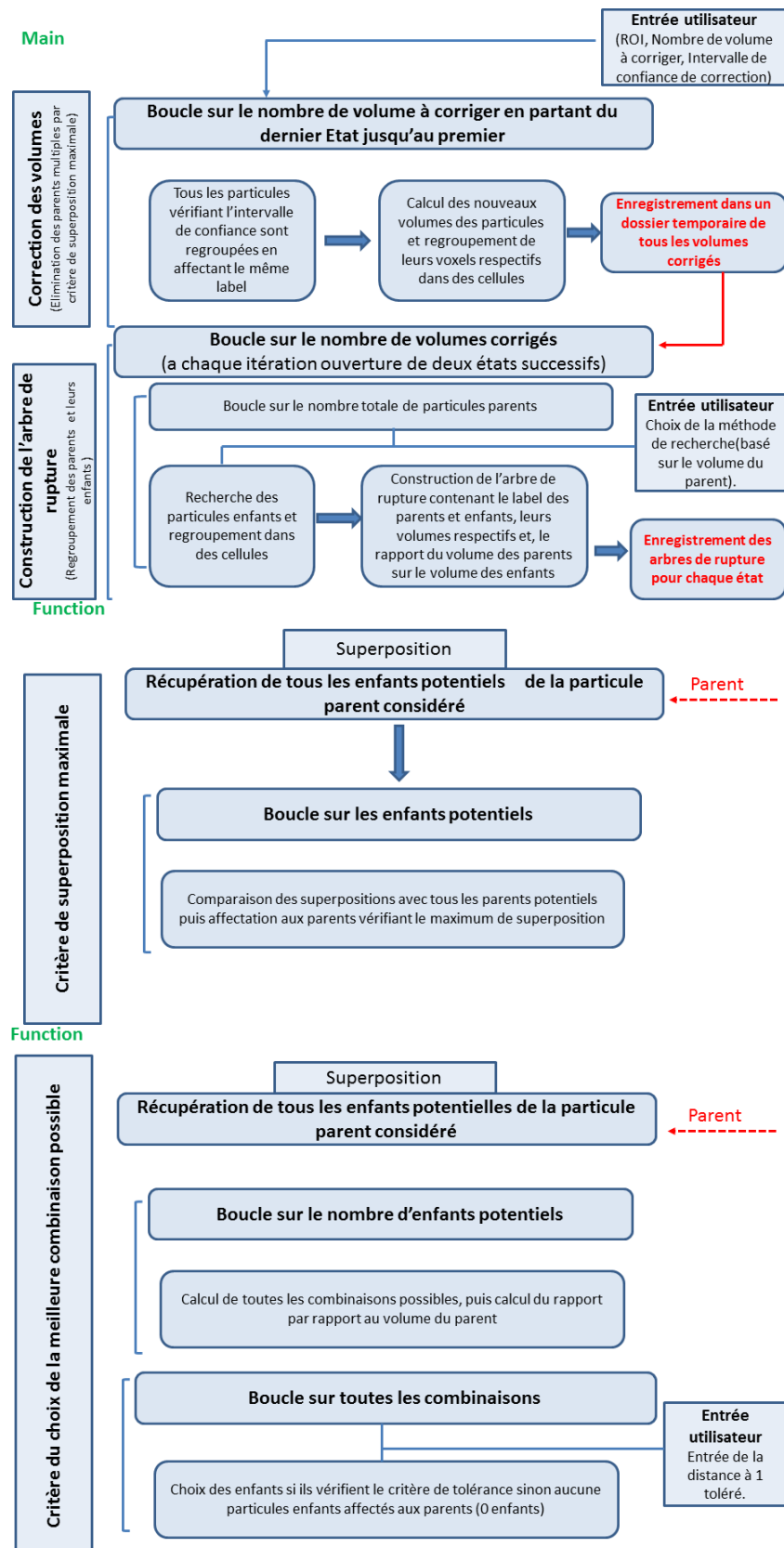


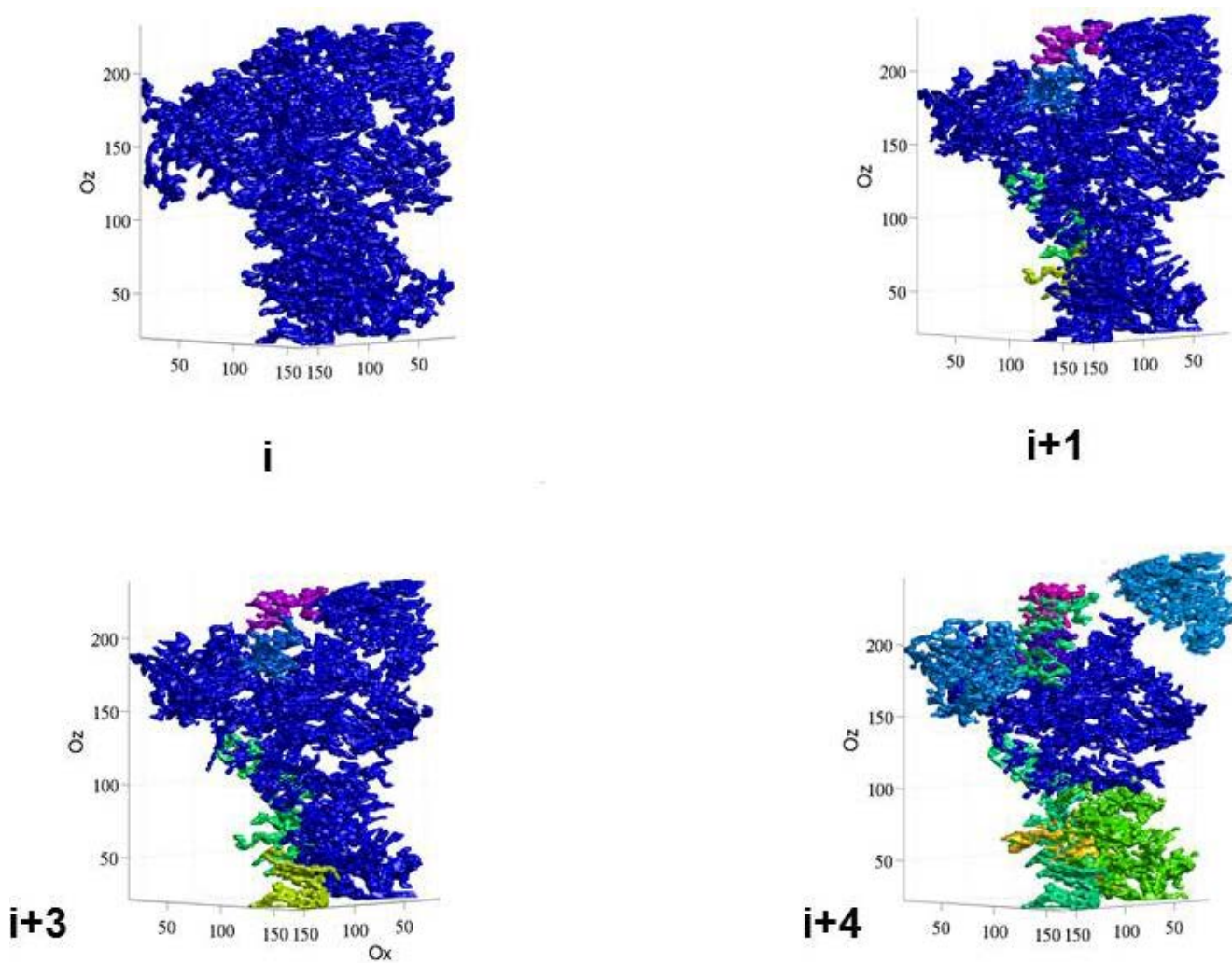
Figure II.20 – schémas logique d'algorithme de généalogie d'objets

### 3.2.3 Résultats

L'observation 3D de la rupture progressive de particules intermétalliques est jusque-là inédite, et apporte des informations très intéressantes surtout pour des formes aussi compliquées comme c'est le cas dans notre alliage. Nous pouvons suivre une particule individuelle tout au long de l'historique de chargement à l'aide de l'algorithme que nous avons mis en place. La figure II.21 représente un exemple. Il est représenté une particule individuelle à l'instant initial qui se brise progressivement tout au long de l'essai. Chaque couleur représente un élément déconnecté de la particule parent.

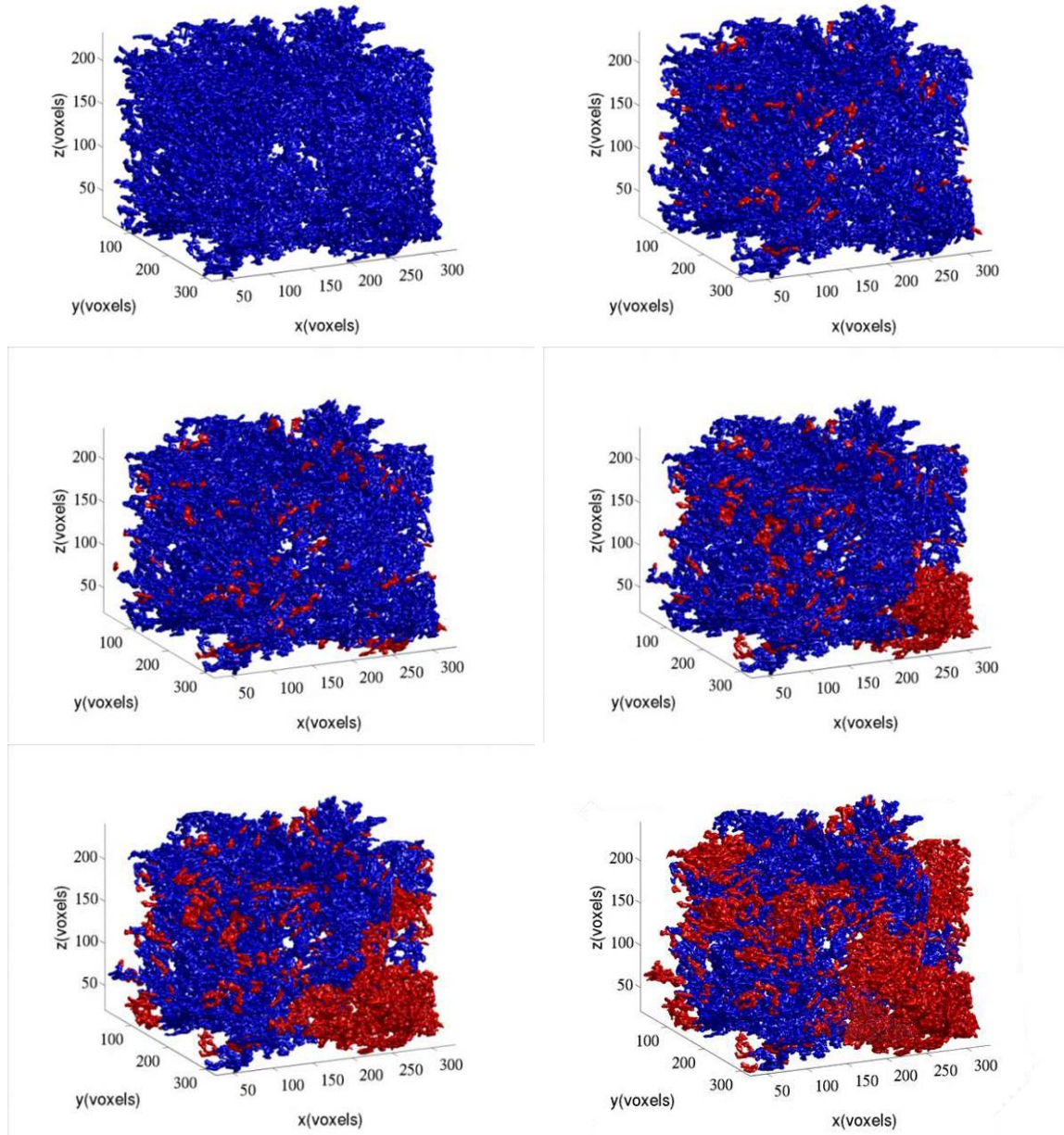
La particule intermétallique peut être assimilée à un ensemble de branches interconnectées les unes aux autres. Sous sollicitation mécanique on observe que la particule se rompt en plusieurs parties qui sont en fait des amas d'autres branches interconnectées. Et quand on observe de plus près au niveau de la zone de rupture, on constate qu'elle correspond à des zones où la liaison se fait parfois par une seule branche. Ces zones correspondent donc à des points faibles de la particule initiale qui, lors d'une sollicitation mécanique, concentrent des contraintes et rompent quand un chargement critique est atteint.

La figure II.22 représente le suivi d'une grande particule intermétallique dont la répartition spatiale couvre tout le volume analysé ( $420 \times 420 \times 420 \mu m^3$ ). La particule enfant ayant le plus gros volume est représentée en bleu foncé et tous les autres sont représentées en rouge. Au premier instant du chargement on remarque la rupture de branches individuelles situées en périphérie. Lorsque le chargement augmente comme pour la particule dans la figure II.21 nous observons la rupture de gros amas. Ces observations mettent en évidence la répartition non homogène de la densité de la particule. En effet il existe des régions à très haute densité reliées entre elles par des régions moins denses (quelques branches) qui sont les points faibles de la particule. La figure II.23 représente l'évolution du nombre d'enfants et le volume du plus grand enfant de la particule parent initiale en fonction du chargement. On peut noter que la particule parent initiale perd ainsi près 30% de son volume initial. La figure II.24 représente l'évolution du nombre de particule dans le volume total observé. On observe la même variation rapide que sur la figure II.23 avec un endommagement massif des particules intermétalliques lors du chargement. Il est important de noter qu'à titre indicatif l'augmentation du nombre de particules rend compte de l'apparition de cavités. Quant au détachement d'amas de particules intermétalliques en fin d'essai, il rend compte de l'apparition de mécanismes complexes qui seront investigués dans le prochain chapitre.

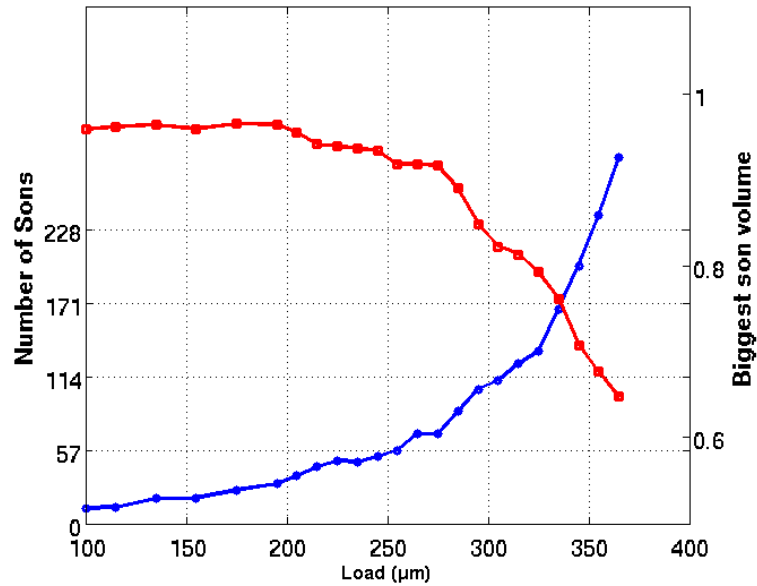


**Figure II.21** – Exemple 1 de l'historique de rupture d'une particule

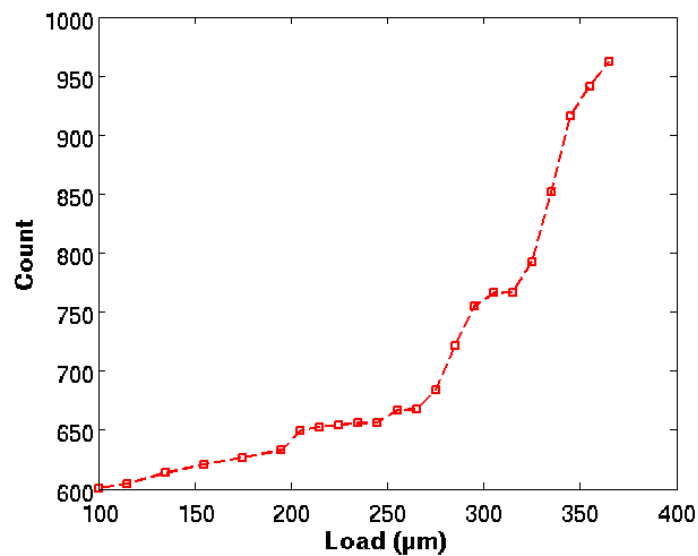
### II.3 Essai *in situ* en tomographie aux rayons X à l'ESRF



**Figure II.22** — Exemple 2 de l'historique de rupture d'une particule



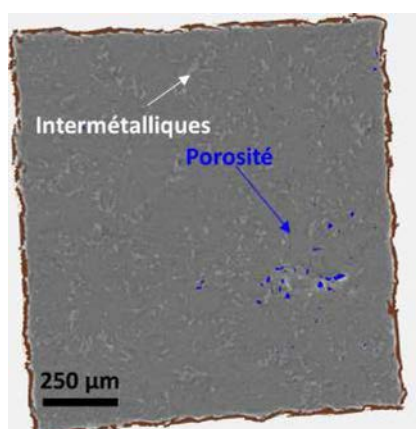
**Figure II.23** – Evolution de la particule au cours du temps : *En bleu le nombre d'enfants de la particule en fonction du chargement (Force(N)). Et en rouge le volume normalisé de la plus grande particule enfant en fonction du chargement.*



**Figure II.24** – Evolution du nombre total de particules dans le volume considéré : *L'augmentation du nombre total de particules rend compte de l'endommagement.*

### 3.3 Mécanisme 3D de l'évolution de la porosité

L'algorithme que nous avons mis en place permet aussi de suivre l'évolution de l'endommagement sous forme de cavitation. En effet la rupture des particules intermétalliques et du silicium donne naissance à des cavités qui peuvent être visibles en tomographie. La figure II.25 montre un exemple de section d'éprouvette où l'on voit apparaître des vides sous l'effet du chargement. L'axe de traction est ici perpendiculaire au plan d'observation, et l'état de chargement correspond au dernier état avant la rupture de l'échantillon.



**Figure II.25** – Porosités dans une section de l'éprouvette obtenues par tomographie

Identiquement à ce que nous avons observé au MEB on peut voir le développement d'un amas de vides non loin du bord de l'échantillon. Ce qui nous intéresse dans cette partie c'est de comprendre grâce à l'algorithme de suivi d'objets 3D les mécanismes d'évolution de la porosité tout au long de l'essai.

#### 3.3.1 Histoire de formation d'une cavité individuelle

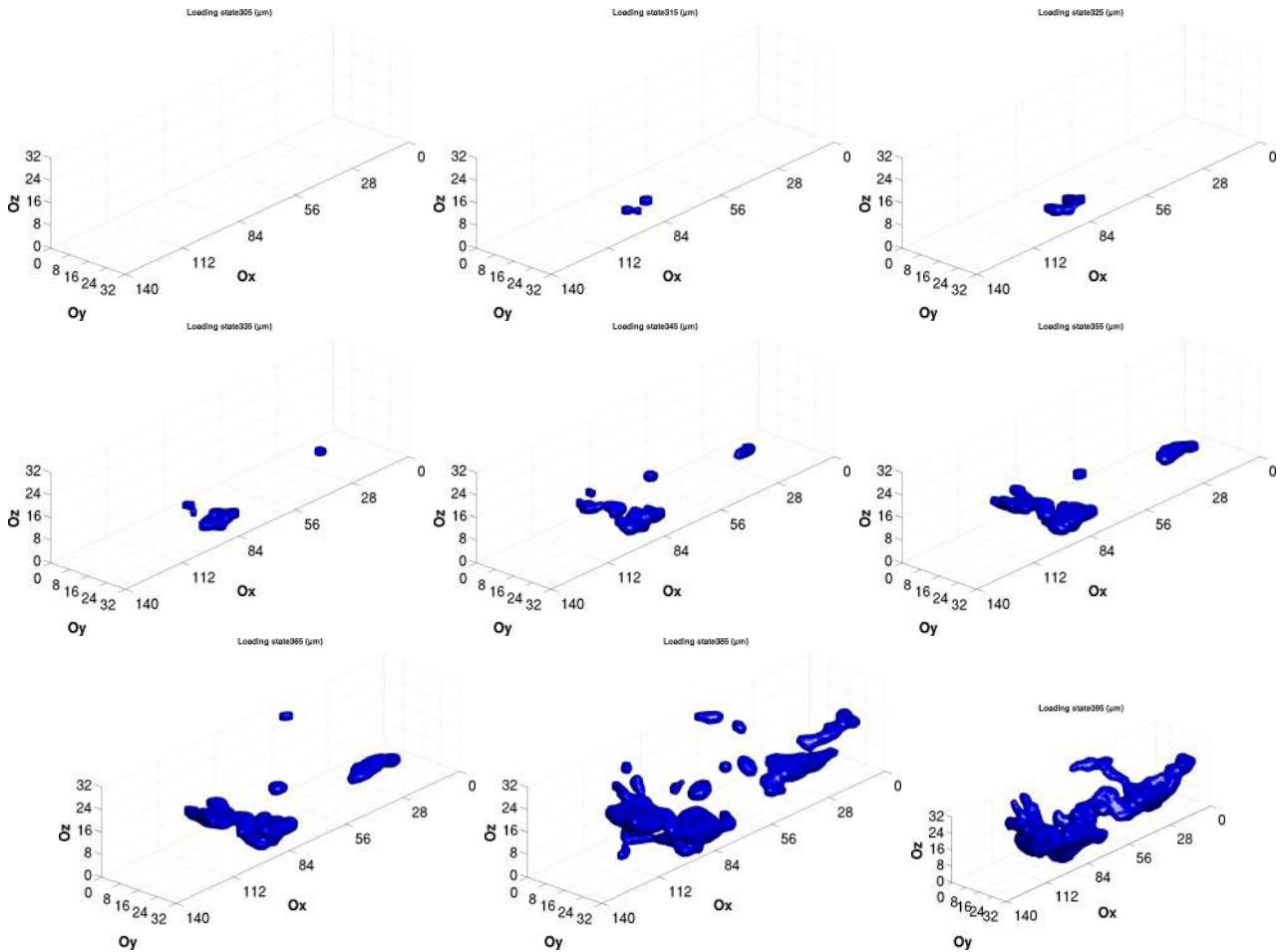
Comme pour les particules intermétalliques nous pouvons suivre l'historique de création d'une cavité individuelle au cours du chargement. La procédure est identique à ce que nous avons décrit dans la section 3.2.2 à une différence près. Les cavités n'apparaissant qu'à la fin de l'essai, l'ordre de la procédure est ici inversé. On part donc de l'état final, où l'on observe les cavités, et on remonte l'histoire jusqu'à l'état non sollicité de l'éprouvette. On peut ainsi observer les différents mécanismes qui ont conduit à la création d'une cavité donnée. La figure II.26 montre l'évolution en 3D d'une cavité prise près de l'entaille tout au long de l'essai. L'observation est ici très intéressante car elle permet d'analyser les différents mécanismes d'un endommagement ductile comme ils sont classiquement décrits dans la littérature (B. Tanguy[147]) :



## Chapitre II. IDENTIFICATION DES MECANISMES D'ENDOMMAGEMENT ET DE RUPTURE

- germination : apparition d'une cavité.
- croissance : augmentation du volume d'une cavité existante.
- coalescence : striction des ligaments entre les vides puis fusion de ces vides.

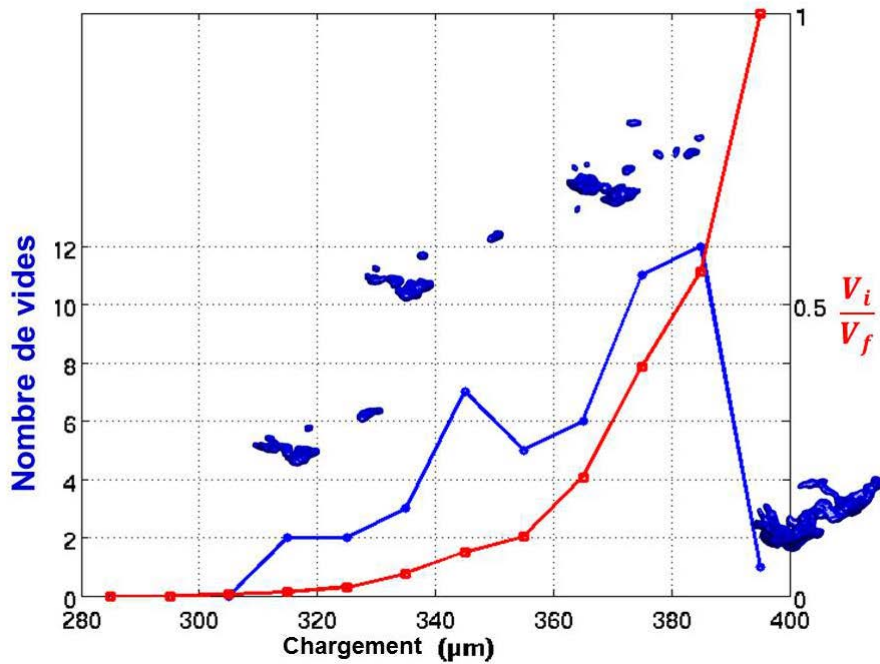
On remarque dans l'exemple montré sur la figure II.26 que l'endommagement se passe essentiellement par germination et coalescence. La croissance est en général interrompue. En effet, les vides apparaissant les uns à côté des autres, ils conduisent à une localisation dans l'espace inter-vides [23]. D'ailleurs les essais *in situ* permettent pour la première fois d'observer la germination des vides secondaires entre les vides primaires (figure II.26). Ce type d'endommagement est caractéristique des microstructures à forte proportion inclusionnaire.



**Figure II.26** – Suivi de l'histoire de la création d'une cavité prise près de l'entaille :  $1 \text{ voxel} = (1.4 \mu\text{m})^3$

Comme pour les particules intermétalliques on peut suivre l'évolution du volume du vide ainsi que le nombre de vides à chaque instant de chargement. Ces deux paramètres sont représentés dans la figure II.27. On peut voir que le nombre de vides atteint un pic de 12 vides qui

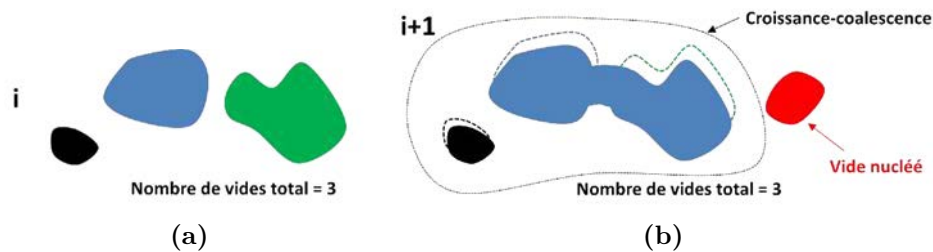
coalescent rapidement pour former le vide que l'on observe à l'état final. De même en regroupant le volume de tous les vides, on remarque qu'il augmente de manière exponentielle. Cette observation est en accord avec la nature catastrophique de l'endommagement. Il est important de noter que des auteurs [42, 148] ont déjà identifié des modèles d'endommagement basé sur l'observation de la croissance de cavités individuelles. Cependant les procédures qu'ils ont adoptées sont difficilement applicables à notre matériau. En effet la microstructure joue un rôle très important, en présence de particules de seconde phase l'inter-distance entre les vides créés n'est pas assez grande pour pouvoir isoler un vide sans pour autant qu'il ne subisse l'influence de son voisinage proche. Une notion d'échelle intervient ici et sera développée en détail dans le chapitre 3 5.3.



**Figure II.27** — Suivi de l'histoire d'une cavité : Nombre de vides en fonction du chargement (bleu), volume du vide  $V_i$  à l'instant  $i$  normalisé par son volume final  $V_f$  (rouge)

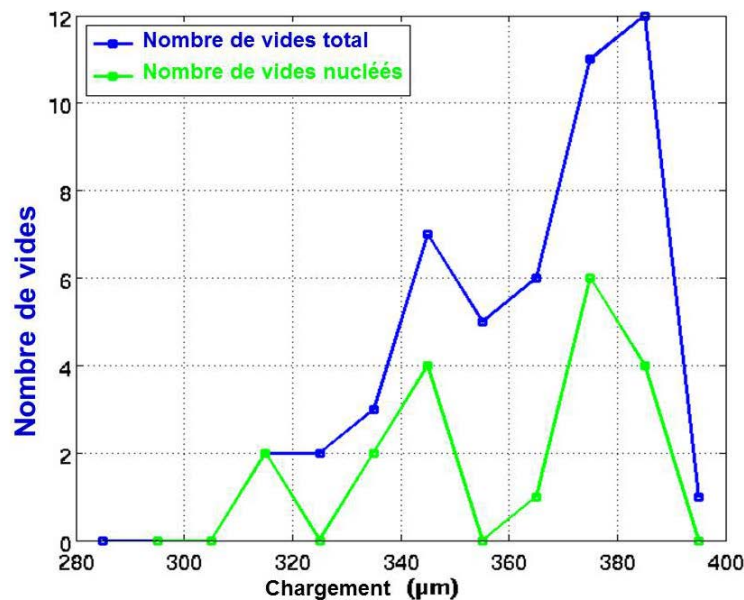
Grace à notre algorithme de suivi d'objets il est désormais possible de faire la distinction de manière précise entre germination et croissance-coalescence. Il s'agit ici de comprendre quelles sont les conditions d'apparition d'une cavité. La figure II.28 schématise le principe de la distinction entre germination et endommagement par croissance-coalescence, qui a été inclus dans l'algorithme de recherche d'objets.





**Figure II.28** – Principe de la distinction entre germination et croissance-coalescence

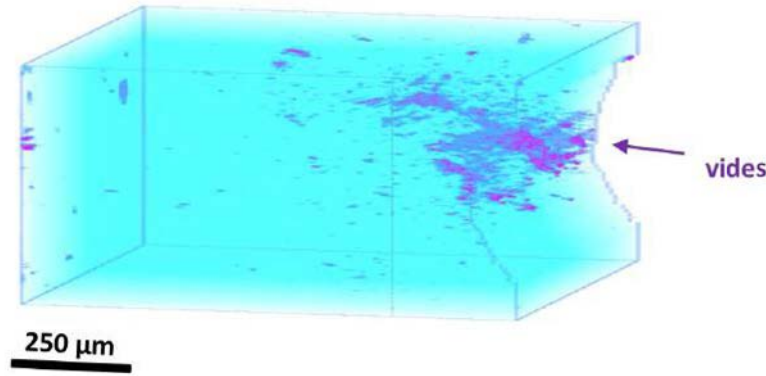
La figure II.29 représente en bleu l'évolution du nombre total de vides en fonction du chargement, et en vert l'évolution du nombre de vides germinés en fonction du temps. On remarque ici que la germination de cavités se fait par "impulsion". Basiquement on peut parler de pics de germination. Cela confirme ce que nous avons dit précédemment, les pics de germination rendent compte de la localisation de la déformation dans les espaces inter-vides. A cause de la forte proportion de particules de secondes phases cette localisation conduit toujours à l'apparition de nouvelles cavités. L'endommagement se poursuit alors par coalescence de ces nouvelles cavités créées.



**Figure II.29** – Suivi de l'histoire d'une cavité : La courbe bleu représente le nombre de vides en fonction du chargement, la courbe en vert représente le nombre de vides germinées (apparition) à l'instant  $i$  en fonction du chargement.

### 3.3.2 Quantification de l'endommagement dans la région proche de l'entaille

Dans cette partie nous appliquons l'algorithme que nous avons mis en place pour quantifier de manière globale l'endommagement dans la région proche de l'entaille. La figure II.30 représente la reconstruction 3D du volume d'intérêt dans lequel on a segmenté les vides. L'état de chargement correspond à l'instant juste avant la rupture de l'éprouvette.

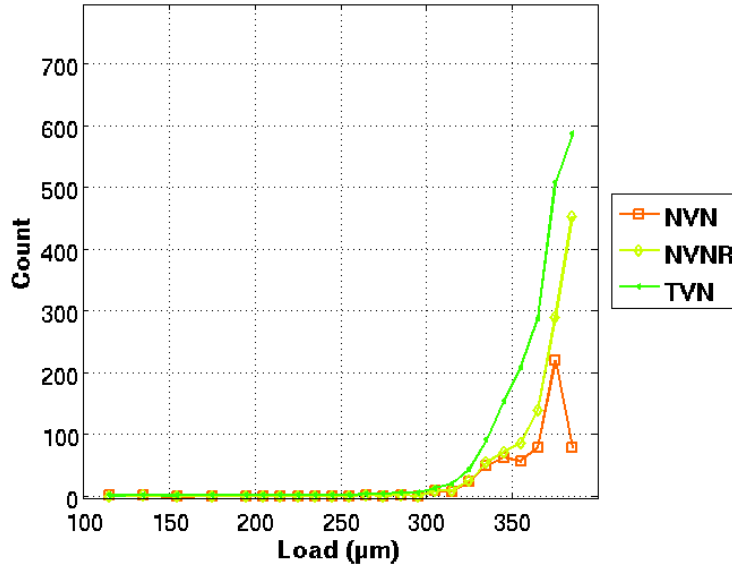


**Figure II.30** – Vides seuillés en tomographie : L'état de chargement correspond ici à l'instant juste avant la rupture de l'éprouvette

La figure II.31 représente l'évolution du nombre de vides au cours du chargement. Cette courbe met en évidence la forte prépondérance du mécanisme d'endommagement par coalescence. En général la germination est estimée en faisant la différence du nombre total de vides entre deux instants consécutifs  $i + 1$  et  $i$  [93]. Cette estimation ne prend pas en compte la coalescence des vides. Si on observe le schéma dans la figure II.28 on peut noter qu'il y'a exactement 3 vides comptés dans les états  $i$  et  $i + 1$ . La différence du nombre total de vides entre les deux états donne 0 alors qu'on a bien la nucléation d'un vide. Dans la figure II.31 (NVN) représente le nombre de vides nucléés en faisant la différence entre l'instant  $i + 1$  et  $i$  du nombre de vides totaux. (NVNR) représente le nombre de vides nucléés en utilisant l'algorithme de suivi d'objets. On peut observer que contrairement à ce que montre (NVN) **la nucléation de nouvelles cavités ne s'estompe pas et augmente de manière exponentielle jusqu'à la fin de l'essai**. Par ailleurs le fait d'observer une décroissance sur la courbe (NVN) met en évidence la forte coalescence des vides à la fin de l'essai.

La figure II.32 représente en fonction du chargement la fraction volumique des vides nucléés (NVVRR), la fraction volumique des vides qui ont évolué par croissance-coalescence (CoVR) et la fraction volumique totale des vides (VVF). On remarque que même si leur nombre explose la

fraction volumique des vides nucléés reste petit mais non négligeable par rapport à la fraction volumique totale.



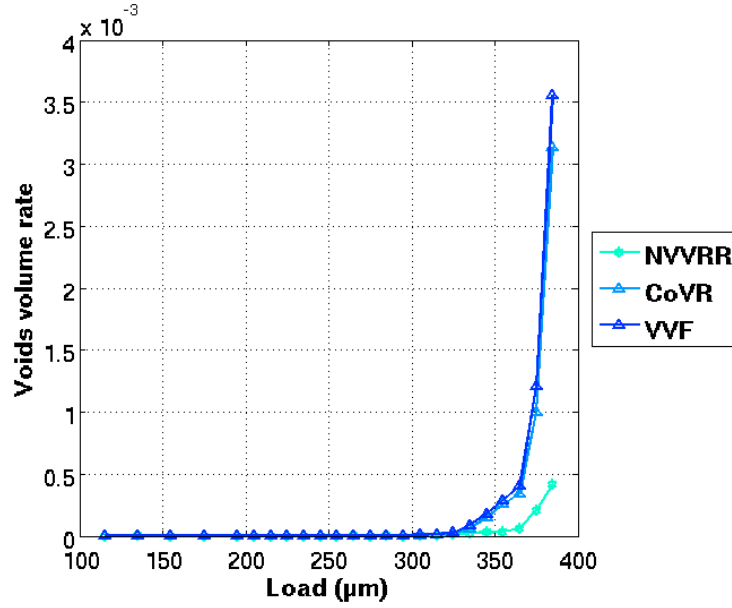
**Figure II.31** — Evolution du nombre de vides près de l'entaille : (NVN) représente le nombre de vides nucléés en faisant la différence entre l'instant  $i+1$  et  $i$  du nombre de vides totals. (NVNR) représente le nombre de vides nucléés en utilisant l'algorithme de recherche d'objets. (TVN) représente le nombre de vides totals en fonction du chargement.

### 3.3.3 Caractérisation morphologique 3D des cavités

Nous voulons dans cette partie caractériser la forme des cavités en fonction de leur taille. Pour cela nous utilisons l'indice de sphéricité défini par l'équation (II.4) qui compare une forme donnée à celle d'une sphère. Si la forme de l'objet se rapproche de celle d'une sphère, alors l'indice de sphéricité  $I_s$  est égal à 1. Si la forme de l'objet se rapproche d'un plan alors l'indice de sphéricité est égale à zéro.

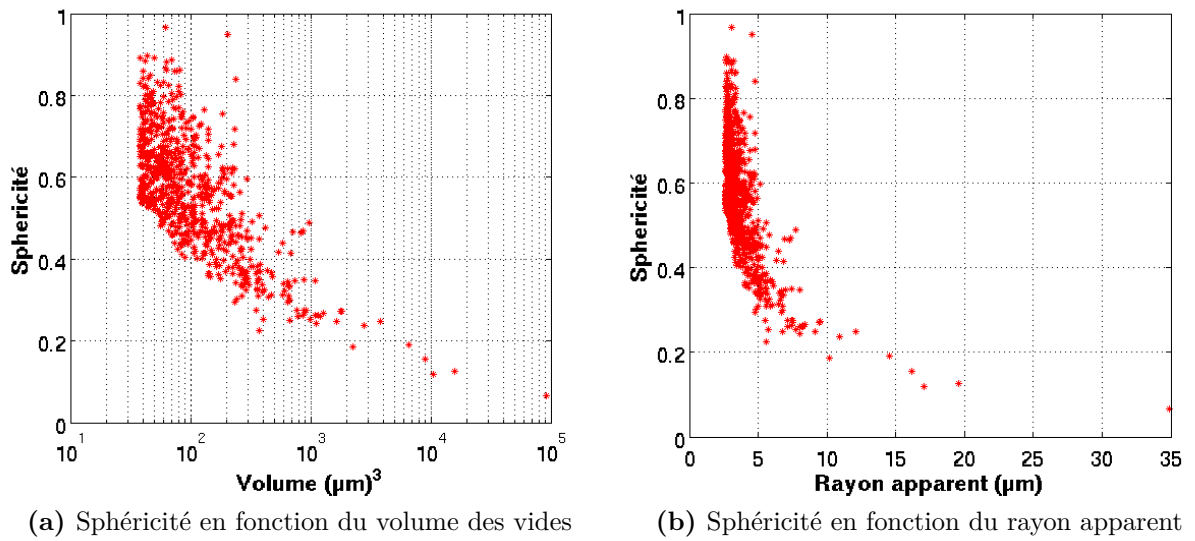
$$I_s = 36\pi \frac{V^2}{S^3} \quad (\text{II.4})$$

Le volume de chaque vide est calculé en comptant le nombre de voxels qui le composent. La surface est estimée en maillant la surface de chaque vides puis en sommant la surface de tous les triangles. Ces opérations sont effectuées à l'aide de fonctions qui ont été codées sous le logiciel Matlab . Tous les vides détectés tout au long de l'essai ont été regroupés en une seule population. Tous les vides dont le volume est inférieur à 27 voxels n'ont pas été pris en compte dans les calculs. La figure II.33 représente l'évolution de la sphéricité en fonction de la taille des vides. On remarque que la sphéricité des vides décroît très rapidement avec leurs tailles.



**Figure II.32** – fraction volumique de vides près de l'entaille : (*NVVRR*) représente la fraction volumique de vides nucléés. (*CoVR*) représente la fraction volumique de vides qui ont évolués par croissance-coalescence. (*VVF*) représente la fraction volumique de vides totals.

Les petites cavités sont de formes sphériques alors que les grandes le sont beaucoup moins. Ces résultats mettent en évidence le fait que les cavités évoluent en microfissures puis grandissent dans des directions préférentielles sous l'effet du chargement.



**Figure II.33** – Evolution de la sphéricité en fonction de la taille des vides :

### 3.3.4 Observation 3D de la formation d'une fissure

Notre algorithme de suivi d'objets permet aussi de suivre tout l'historique de formation d'une fissure 3D. Nous représentons dans la figure II.34 l'historique de formation de la plus grande fissure détectée dans le volume observé (voir II.30). Nous avons remarqué que les fissures portaient toujours de porosités germinant à partir de particules de secondes phases lors des essais de traction *in situ* au MEB sur éprouvette plate. Ces ruptures de particules se produisaient en grand nombre à quelques millimètres du bord de l'échantillon. La fissure se forme ensuite par coalescence de ces vides. Ici les volumes ayant été segmentés (on ne voit pas la microstructure) l'arrangement des cavités permet de deviner la microstructure. La fissure observée n'est pas droite et suit un chemin préalablement défini par la nucléation de cavités.

L'arrangement en bande de ces cavités nucléées fait penser à l'arrangement spatial des particules de silicium (voir figure II.6). En effet bien qu'ayant une structure 3D complexe pouvant se modéliser par des branches longues et interconnectées les unes aux autres, l'observation 2D des particules de silicium montre des sections de particules elliptiques orientées en bandes dans l'espace. Nous avons montré dans la section 2.2 que cet arrangement avait une forte influence sur l'endommagement, en le favorisant principalement par la décohésion de l'interface aluminium-silicium. Bien que les informations sur la microstructure soient moins riches avec les observations 3D, les mécanismes de formation d'une fissure mettent en évidence une forte influence de celle-ci.

## II.3 Essai *in situ* en tomographie aux rayons X à l'ESRF

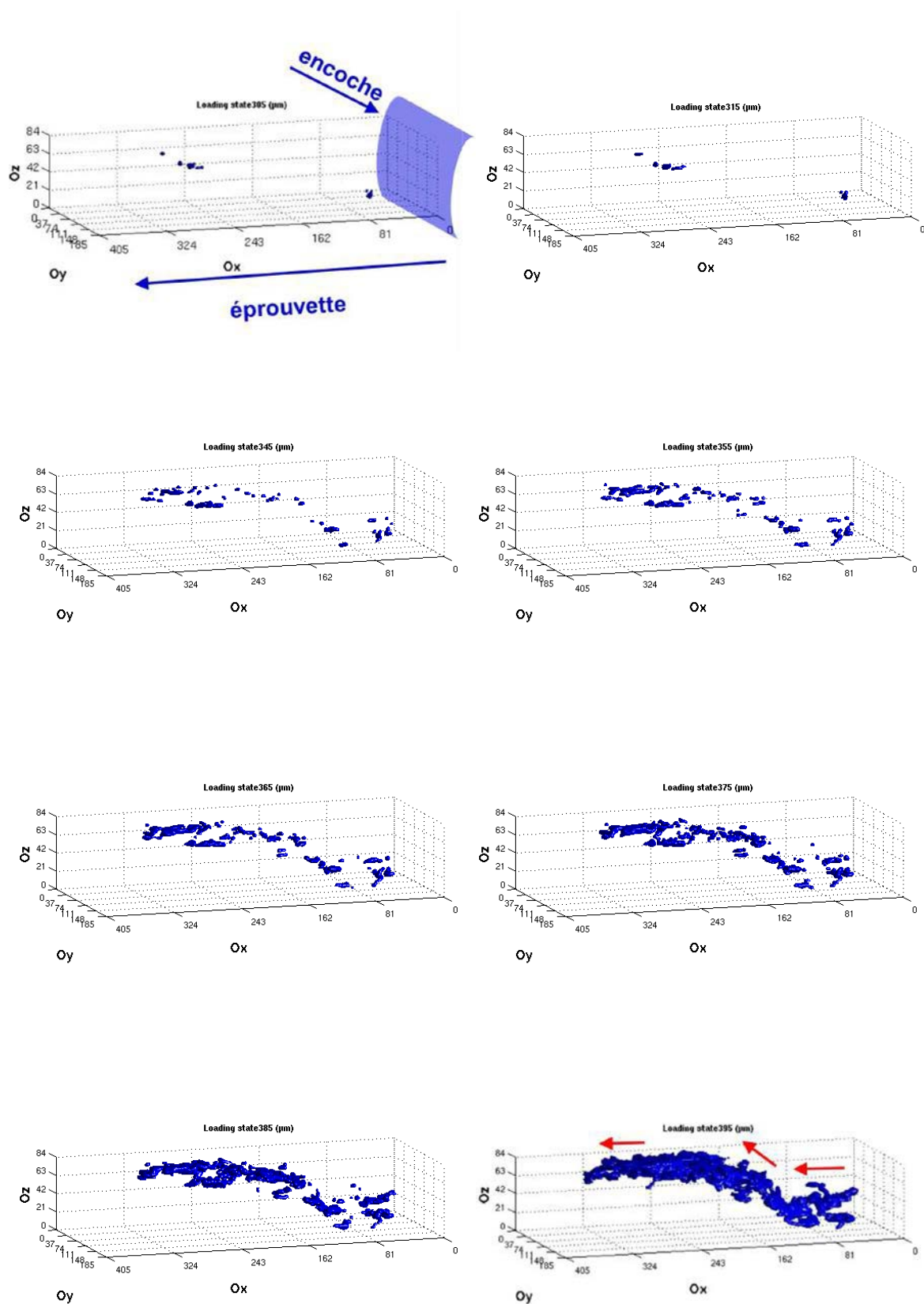


Figure II.34 – Suivi de la formation d'une fissure près de l'entaille

### 4 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons mené des études expérimentales pour évaluer et comprendre l'endommagement dans l'alliage AlSi12Ni. Les différents mécanismes d'endommagement qui ont été retenus sont :

**\* Initiation de l'endommagement :**

- Grace aux observations 2D et 3D il a été démontré que les particules intermétalliques rompaient massivement donnant naissance à des cavités.
- On note aussi la rupture par clivage de beaucoup de particules de silicium mais le mode d'endommagement prédominant est la décohésion de l'interface Aluminium-Silicium. Ce phénomène s'explique par la faible propriété de l'interface Aluminium-Silicium.
- Les intermétalliques ont une forme 3D complexe qui peut être vue comme des amas de branches interconnectées qui se distinguent par des densités locales non uniformes. Lors du chargement ces amas se séparent par la rupture des branches qui les reliaient.

**\* Evolution de l'endommagement :**

- Les petits vides ont une forme en général sphérique et les grands vides sont plats, cette observation démontre que la croissance des cavités n'est pas isotrope dans l'espace. On observe que l'évolution des cavités est influencée par leur voisinage (microstructure, autres cavités ...).
- La propagation de l'endommagement se fait essentiellement par coalescence des cavités, la coalescence interrompt généralement la phase de croissance d'une cavité individuelle.
- La coalescence des cavités est à l'origine de la formation de macro fissures.
- En fonction de leur orientation, les particules de silicium favorisent ou bloquent l'avancée de la fissure.

Tous ces mécanismes d'endommagement démontrent le fait que lors d'essai de traction le matériau devient très poreux et confirme donc les hypothèses que nous avons établies à la fin du chapitre 1. La différence de contrainte mesurée entre l'essai de compression et de traction s'explique donc par la présence de plusieurs petites cavités au sein du matériau. L'apparition en grand nombre de ces cavités affaiblit le matériau. On notera que jusque-là les mécanismes de déformation conduisant à la rupture des particules de seconde phase et la propagation de l'endommagement sont inconnus. Cela sera l'objet du chapitre 3, on utilisera la technique de la corrélation d'images numériques 2D et 3D.

---

## Chapitre III

---

# MECANISMES DE DEFORMATION ET MODELISATION NUMERIQUE DE L'ENDOMMAGEMENT

## 1 Introduction

Les mécanismes d'endommagement ont été largement étudiés dans le Chapitre 2. Les études *in situ* d'une part au MEB et d'autres part en tomographie ont permis de comprendre en grande partie les mécanismes élémentaires de rupture de l'alliage AlSi12Ni. Nous y avons exposé la formation de micro-vides par la rupture-décohésion des particules de silicium et intermétalliques, et l'arrêt ou la déviation des fissures par les particules de silicium. Les mécanismes de formations d'une macro-fissure par la coalescence de petites cavités existantes ont aussi été démontrés. En première partie, la technique de mesure de champs en 2D et 3D sera utilisée dans ce chapitre pour comprendre l'influence des mécanismes de déformation sur l'apparition de l'endommagement précédemment observée. Nous utiliserons pour cela les essais *in situ* en tomographie et au microscope électronique à balayage. Dans une deuxième partie, des simulations numériques se basant sur les valeurs expérimentales mesurées nous aideront à décrire l'endommagement au travers d'un modèle d'endommagement choisi.

## 2 Mesure de champs 2D par corrélation d'images numériques

La corrélation d'images numériques est une technique très populaire de mesure de champs qui a été initiée dans les années 1980 [145]. Elle consiste à comparer deux images numériques



à un état déformé et non déformé pour extraire les champs de déplacement qui permettent de superposer au mieux les deux images. Dans sa version la plus commune elle consiste à observer une surface plane d'une éprouvette sur laquelle un motif a été déposé servant de marquage. En effet, pour pouvoir comparer les deux images des repères sont nécessaires (texture). En faisant l'hypothèse que ce marquage n'est pas affecté par la déformation, il permet de suivre une région donnée. Dans certains matériaux le dépôt de mouchetis n'est pas nécessaire car la texture naturelle permet un marquage correct. Les cas de corrélation d'images en lumière blanche (images optiques) sont les plus fréquents, même si des développements récents permettent de l'appliquer à des images obtenues par microscopie électronique à balayage[35, 39, 59]. L'utilisation de telles images est un réel atout car des champs de déplacement peuvent être obtenus en dessous du micromètre. On peut ainsi capter des micromécanismes de déformations qui régissent le comportement macroscopique d'un matériau. Par ailleurs, la physique d'imagerie n'étant pas la même qu'en optique, les images numériques obtenues par microscopie électronique à balayage sont plus bruitées. Des précautions supplémentaires doivent donc être prises pour travailler sur ces types d'images. Beaucoup de logiciels de corrélation d'images existent aujourd'hui. Ils se divisent principalement en deux catégories, celles utilisant une approche locale [145], et d'autres utilisant une approche globale du problème[21, 67]. Une étude récente menée par Hild et Roux [65] compare les différentes approches. Pour la corrélation d'images 2D une approche globale sera utilisée dont la formulation mathématique sera expliquée dans la partie 2.0.6.

### 2.0.5 Instabilité d'imagerie au MEB

Le microscope électronique à balayage fonctionne sur la base de l'interaction électrons-matière. Il permet d'avoir des images de haute résolution de la surface d'un échantillon conducteur ou rendu conducteur (par exemple par dépôt d'une couche d'or). L'idée est de balayer la surface d'un échantillon par un faisceau électronique préalablement traité et guidé, et après interaction avec ce dernier, l'échantillon répond en réémettant des particules (sous forme d'électrons ou de rayonnements X). Ces particules sont ensuite analysées par différents détecteurs. En fonction de la nature de ces particules, on peut accéder à une topographie (relief) ou bien un contraste de composition chimique de la surface de l'échantillon à analyser. L'intensité d'électrons arrivant sur le détecteur est ensuite codée en niveaux de gris (8 bit dans notre cas) et enregistrée sous forme d'images numériques. Un problème bien connu de la technique d'imagerie sous MEB subsiste, il s'agit de la variation de contraste et de brillance en fonction du temps. En effet bien que les conditions d'acquisition restent figées on peut observer des fluctuations non homogènes sur les images acquises. Ces fluctuations sont dues essentiellement à l'instabilité

électronique du faisceau mais aussi au changement de propriétés de la surface de l'échantillon sous l'effet du bombardement d'électrons. Pour la corrélation d'image par l'approche globale qui suppose dans sa version standard une conservation rigoureuse du flot optique, les variations de contraste et de brillance si elles ne sont pas pris en compte sont sources d'erreurs. Il est donc nécessaire de faire un réajustement de la valeur du contraste et de la brillance. Cette opération peut être effectuée lors de l'acquisition mais devient très vite fastidieuse car requérant beaucoup d'attention. Une autre méthode consiste à intégrer directement cette opération dans l'algorithme de corrélation d'images. Nous utiliserons cette méthode par la suite.

### 2.0.6 Formulation mathématique du problème de corrélation 2D

L'idée de la corrélation d'images est de partir de deux images numériques, constituées d'un ensemble de pixels avec des niveaux de gris, l'image non-déformée dite de référence  $f(\mathbf{x})$  et une seconde, déformée par rapport à la première  $g(\mathbf{x})$ . A cause de l'acquisition imparfaite des images lors de l'essai il existe toujours un écart sur les niveaux de gris qui peut s'écrire :

$$\lambda(\mathbf{x}) = f(\mathbf{x}) - g(\mathbf{x} + \mathbf{u}(\mathbf{x})) \quad (\text{III.1})$$

où dans le cas standard (conservation parfaite du flot optique)  $\mathbf{u}(\mathbf{x})$  est le champ de déplacement à déterminer pour chaque pixel, et  $\lambda(\mathbf{x})$  est le bruit lié à l'imagerie. L'objectif est d'approcher au mieux le champ de déplacement de telle manière que le résidu de corrélation soit minimal. Nous écrivons le résidu de corrélation comme :

$$\eta^2 = \int_{\Omega} (\lambda(\mathbf{x}))^2 d\mathbf{x} = \int_{\Omega} (f(\mathbf{x}) - g(\mathbf{x} + \mathbf{u}(\mathbf{x})))^2 d\mathbf{x} \quad (\text{III.2})$$

En faisant l'hypothèse qu'un développement de Taylor de l'image déformée est possible au premier ordre (tous les termes du second ordre sont négligés), on peut écrire :

$$g(\mathbf{x} + \mathbf{u}(\mathbf{x})) \cong \tilde{g}(\mathbf{x}) + \mathbf{u}(\mathbf{x}) \cdot \nabla f(\mathbf{x}) \quad (\text{III.3})$$

où  $\tilde{g}(\mathbf{x})$  est une valeur approchée des niveaux de gris en utilisant la valeur courante des champs de déplacement  $\tilde{\mathbf{u}}(\mathbf{x})$ . En effet, lorsque la conservation du flot optique n'est pas vérifiée, on considère que le champ de déplacement  $\mathbf{u}(\mathbf{x})$  dans l'équation (III.3) résulte de la variation de contraste et de brillance. En considérant la valeur courante des champs de déplacement que nous noterons  $\tilde{\mathbf{u}}(\mathbf{x})$  on écrit :

$$f(\mathbf{x} + \tilde{\mathbf{u}}(\mathbf{x})) = \tilde{g}(\mathbf{x}) \quad (\text{III.4})$$

### Chapitre III. MECANISMES DE DEFORMATION ET MODELISATION NUMERIQUE DE L'ENDOMMAGEMENT

---

Ainsi, en considérant que le contraste et la brillance évoluent de manière linéaire entre deux instants d'acquisition, on peut écrire :

$$g(\mathbf{x} + \mathbf{u}(\mathbf{x})) = a(\mathbf{x}) + [1 + b(\mathbf{x})]f(\mathbf{x}) \quad (\text{III.5})$$

Grâce à l'équation (III.3) et (III.4) on peut déduire la relation suivante :

$$\mathbf{u}(\mathbf{x}) \cdot \nabla f(\mathbf{x}) = g(\mathbf{x} + \mathbf{u}(\mathbf{x})) - f(\mathbf{x} + \tilde{\mathbf{u}}(\mathbf{x})) \quad (\text{III.6})$$

L'équation de minimisation des résidus de corrélation s'écrit alors sous la forme :

$$\eta_{lin}^2 = \int_{\Omega} [f(\mathbf{x}) - \tilde{g}(\mathbf{x}) + \tilde{\mathbf{u}}(\mathbf{x}) \cdot \nabla f(\mathbf{x}) - a(\mathbf{x}) - b(\mathbf{x})f(\mathbf{x})]^2 d\mathbf{x} \quad (\text{III.7})$$

La minimisation de  $\eta_{lin}^2$  est intrinsèquement non-linéaire et constitue un problème mal posé. Une formulation faible est donc préférée en utilisant un schéma de discrétisation générale. Une décomposition des champs  $\tilde{\mathbf{u}}$ ,  $a$  et  $b$  sur une base de fonctions de forme est alors adoptée :

$$\tilde{\mathbf{u}}(\mathbf{x}) = \sum_{n \in N} \mathbf{u}_n \Psi_n(\mathbf{x}) \quad (\text{III.8})$$

$$a(\mathbf{x}) = \sum_{m \in M} a_m \varphi_m(\mathbf{x}) \quad (\text{III.9})$$

$$b(\mathbf{x}) = \sum_{m \in M} b_m \varphi_m(\mathbf{x}) \quad (\text{III.10})$$

où  $\Psi_n$  et  $\varphi_m$  sont les fonctions de forme associées aux degrés de libertés  $u_n$ ,  $a_m$  et  $b_m$ . A ce niveau on peut choisir de décomposer le champ de déplacement, la variation de contraste et de brillance sur une base mécanique plus ou moins riche. Dans notre cas, les fonctions de formes classiques des techniques éléments finis ont été adoptées. Il s'agit d'éléments Q4 dont les fonctions de forme sont des polynômes de Lagrange. On peut alors réécrire les équations (III.8) (III.9) (III.10) pour tous les éléments comme :

$$\tilde{\mathbf{u}}^e(\mathbf{x}) = \sum_{n=1}^{ne} \sum_{\alpha} u_{\alpha n}^e \Psi_n(\mathbf{x}) \mathbf{e}_{\alpha} \quad (\text{III.11})$$

$$a^e(\mathbf{x}) = \sum_{n=1}^{ne} a_n \varphi_n(\mathbf{x}) \quad (\text{III.12})$$

### III.2 Mesure de champs 2D par corrélation d'images numériques

$$b^e(\mathbf{x}) = \sum_{n=1}^{ne} b_n \varphi_n(\mathbf{x}) \quad (\text{III.13})$$

où  $ne$  est le nombre de nœuds.  $\alpha = [1, 2, \dots, K]$  représente la dimension du problème,  $u_{\alpha n}^e$  sont les déplacements inconnus,  $a_n$  est la variation de contraste et  $b_n$  est la variation de brillance aux nœuds de l'élément.

En substituant ces nouvelles formulations dans l'équation (III.7), on obtient :

$$\eta_{lin}^2 = \int_{\Omega} [f(\mathbf{x}) - \tilde{g}(\mathbf{x}) + \sum_{n=1}^{ne} \sum_{\alpha} u_{\alpha n}^e \Psi_n(\mathbf{x}) \mathbf{e}_{\alpha} \cdot \nabla f(\mathbf{x}) - \sum_{n=1}^{ne} a_n \varphi_n(\mathbf{x}) - \sum_{n=1}^{ne} b_n \varphi_n(\mathbf{x}) f(\mathbf{x})]^2 d\mathbf{x} \quad (\text{III.14})$$

La minimisation des résidus de corrélation donne un système d'équations qui peut s'écrire sous la forme matricielle :

$$M_{ij\alpha n} u_{\alpha n} = v_{ij} \quad (\text{III.15})$$

avec :

$$v_{ij} = \int_{\Omega} (f - \tilde{g})(\mathbf{x}) G_{ij}(\mathbf{x}) d\mathbf{x} \quad (\text{III.16})$$

$$u_{\alpha n} = [\tilde{u}_{\alpha n} - a_n - b_n] \quad (\text{III.17})$$

$$M_{ij\alpha n} = \int_{\Omega} G_{ij}(\mathbf{x}) \otimes G_{\alpha n}(\mathbf{x}) d\mathbf{x} \quad (\text{III.18})$$

où  $\otimes$  est un produit dyadique et :

$$G_{\alpha n} = [\nabla f(\mathbf{x}) \cdot \Psi_{\alpha n}(\mathbf{x}) \quad \varphi_n \quad f(\mathbf{x}) \varphi_n] \quad (\text{III.19})$$

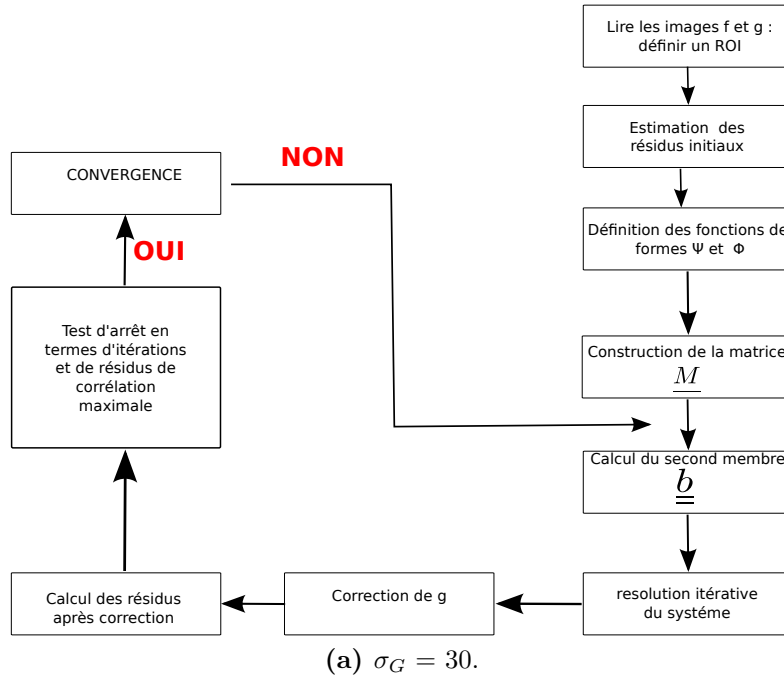
Il est résolu de manière itérative jusqu'à la convergence de la solution. Soit  $\tilde{\mathbf{u}}^i(\mathbf{x})$ ,  $a^i(\mathbf{x})$  et  $b^i(\mathbf{x})$  déterminés à l'itération  $i$  par la résolution de l'équation (III.15) on détermine alors  $g^i(\mathbf{x} + \mathbf{u}(\mathbf{x}))$  par :

$$g^i(\mathbf{x} + \mathbf{u}(\mathbf{x})) = \tilde{g}^i(\mathbf{x} + \tilde{\mathbf{u}}^i(\mathbf{x})) \quad (\text{III.20})$$

et :

$$\tilde{g}^{i+1}(\mathbf{x}) = \frac{g^i(\mathbf{x} + \mathbf{u}(\mathbf{x})) - a^i(\mathbf{x})}{1 + b^i(\mathbf{x})} \quad (\text{III.21})$$

La figure III.1 montre les différentes étapes de l'algorithme de corrélation d'images. Par ailleurs, si on a atteint la convergence à l'itération  $n$ , pour évaluer la solution obtenue on



**Figure III.1** — Schémas logique de l'algorithme de corrélation d'images numériques.

calcule les résidus de corrélation comme :

$$\vartheta = \sqrt{\frac{\|\delta f(\mathbf{x})\|}{NxNy}} \frac{100}{dyn} \quad (\text{III.22})$$

avec :  $\delta f(\mathbf{x}) = f(\mathbf{x}) - \tilde{f}(\mathbf{x})$  et :

$$\tilde{f}(\mathbf{x}) = \tilde{g}^n(\mathbf{x}) \quad (\text{III.23})$$

$Nx$  et  $Ny$  sont les dimensions de la région d'intérêt (ROI). La dynamique de l'image  $dyn$  est donnée par :  $dyn = \max_{\Omega} f(\mathbf{x}) - \min_{\Omega} f(\mathbf{x})$ . Plus la valeur du résidu normé est petite, meilleur est le résultat. Il traduit l'écart entre l'image de référence et l'image déformée obtenue avec la solution approchée. Dans le cas parfait où la solution exacte des champs de déplacements a été obtenue les résidus de corrélation sont nuls soit  $\delta f(\mathbf{x}) = 0$ . Ce résidu peut aussi être calculé initialement en considérant les images de référence et déformée non corrigées. En comparant les valeurs du résidu initial et final, on peut avoir une idée sur le degré de convergence de l'algorithme.

### 2.1 Champs de déplacements

En plus de la variation de contraste et de brillance, les images numériques obtenues au MEB sont souvent accompagnées de bruit aléatoire qui ne peut pas être pris en compte par l'algorithme de corrélation. La fluctuation de la densité de particules mesurées par le détecteur (écran cathodique) à un instant donné peut être à l'origine de ce bruit. Le réglage de la vitesse de balayage permet de limiter ce bruit, cependant de trop petites vitesses de balayage conduisent souvent à augmenter considérablement le temps d'acquisition des images. Le bruit aléatoire est la première cause de source d'erreur en corrélation d'images numériques. Plusieurs études ont montré [67] que l'incertitude de mesure sur les champs de déplacement augmentait significativement avec le niveau de bruit des images. Pour limiter l'effet du bruit sur la mesure des champs de déplacement, il est parfois nécessaire de filtrer les images. Cependant le filtrage des images affecte aussi les champs de déplacement, un compromis doit être trouvé pour ne pas dégrader l'information que l'on veut mesurer.

#### 2.1.1 Traitement d'images et incertitudes sur les champs de déplacements

Afin d'étudier l'effet des opérations de filtrage sur la mesure des champs de déplacement il est d'usage de quantifier l'erreur commise par cette opération de filtrage. La méthode utilisée ici consiste à se servir d'une image échantillon obtenue au MEB, sur laquelle un déplacement connu appelé  $u_{imposé}$  est appliqué. L'erreur sur le champ de déplacement est alors calculée par :

$$\Delta u_{ij} = u_{ij}^{mesuré} - u_{ij}^{imposé} \quad (\text{III.24})$$

où  $(i,j)$  correspond aux indices du pixel. Pour chaque valeur de déplacement imposé, l'écart type des erreurs de mesure, communément appelé erreur aléatoire, est calculée par la relation :

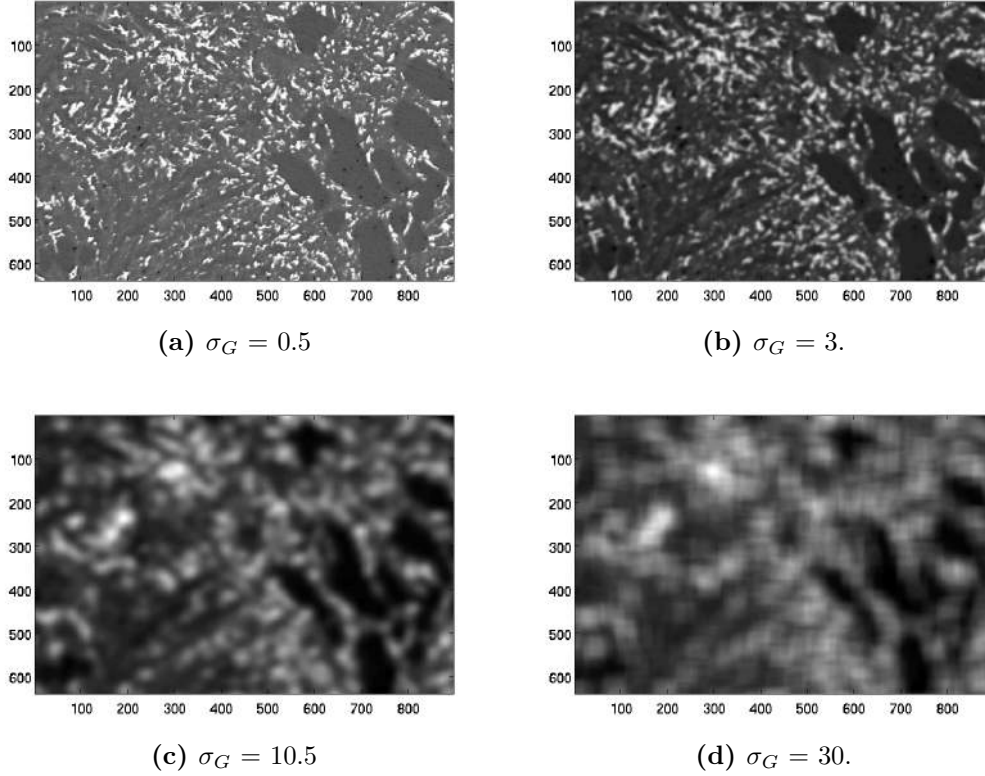
$$\sigma_u = \sqrt{\frac{n \sum_{ij} \Delta u_{ij}^2 - [\sum_{ij} \Delta u_{ij}]^2}{n(n-1)}} \quad (\text{III.25})$$

où  $n$  est le nombre de pixels. L'erreur systématique est calculée en faisant la moyenne des erreurs mesurées par la formule :

$$\overline{\Delta u} = \frac{\sum_{ij} \Delta u_{ij}}{n} \quad (\text{III.26})$$

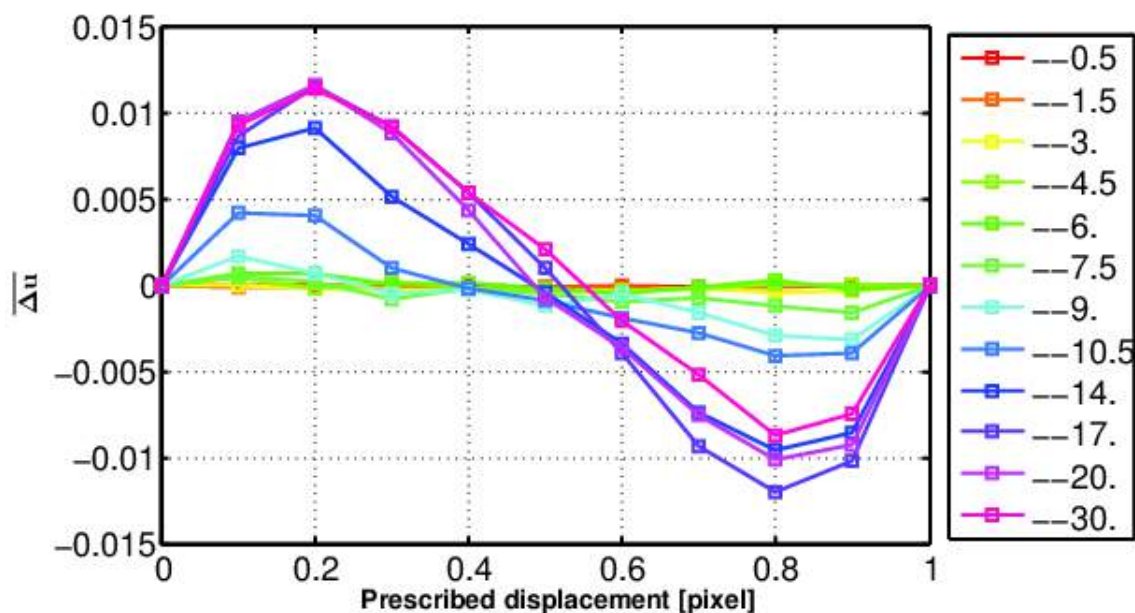
Le filtrage des images est réalisé à l'aide d'un filtre gaussien avec comme paramètres la taille de la fenêtre de filtrage et l'écart type du filtre, appelé ici  $\sigma_G$ . La figure III.2 montre l'effet de l'écart type du filtre sur l'image échantillon choisie. On peut voir que l'augmentation de l'écart

type du filtre rend les détails de l'image de plus en plus flous.

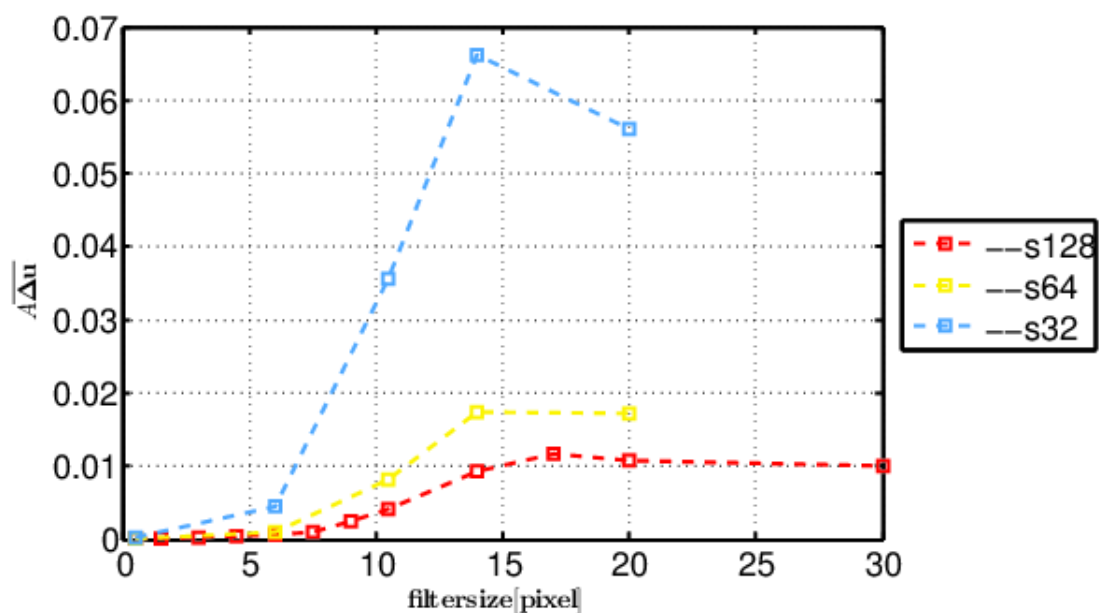


**Figure III.2** – Effet de la taille du filtre gaussien sur la microstructure - 1 pixel=  $0.3\mu\text{m}$

Pour connaître l'effet du filtre sur la mesure des champs de déplacement, des translations subpixels artificielles (compris entre 0 et 1) sont appliquées aux images. Le déplacement subpixel est réalisé par interpolation linéaire des niveaux de gris. L'opération de filtrage est ensuite réalisée. La figure III.3(a) représente l'évolution de l'erreur systématique pour différents niveaux de filtrage en fonction du déplacement imposé. Comme déjà étudiées par Sutton et al.[106] les courbes évoluent périodiquement en fonction du déplacement imposé. On peut remarquer que, plus la taille de l'écart type du filtre gaussien augmente, plus la valeur maximum de l'erreur systématique augmente. La figure III.3(b) montre l'évolution du maximum de l'erreur systématique  $A\overline{\Delta u}$  pour différentes tailles de fenêtres de corrélation. Pour une taille de filtre donnée on a :  $A\overline{\Delta u} = \frac{\max(\Delta u) - \min(\Delta u)}{2}$ . Dans la figure III.3(b) on peut voir que le niveau de filtrage augmente le maximum de l'erreur systématique et aussi que cette augmentation est plus importante pour des fenêtres de corrélation de plus en plus petites.



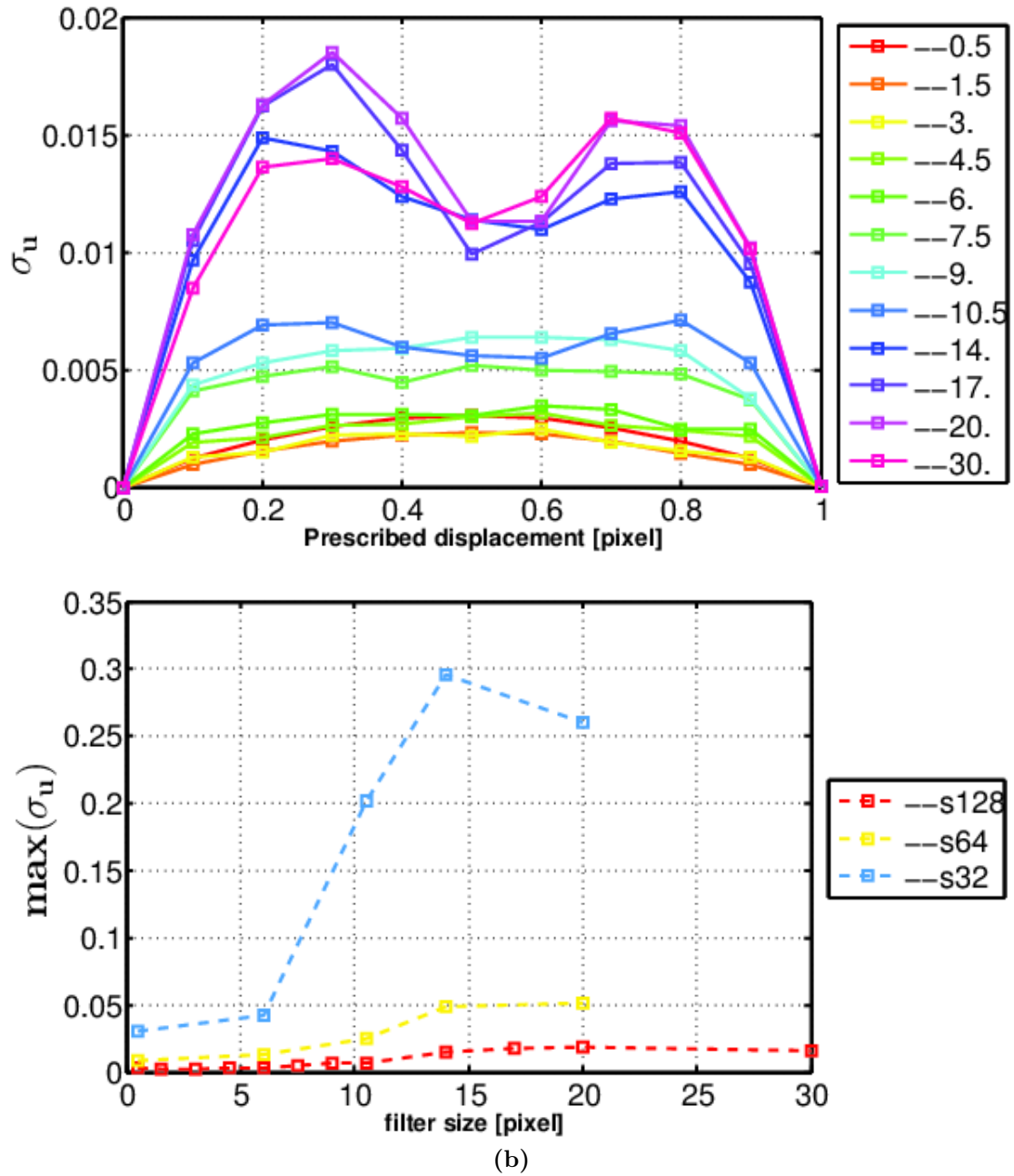
(a)



(b)

**Figure III.3** — Évolution l'erreur systématique pour une taille de fenêtre de corrélation de 128x128 pixels : (a) erreur systématique en fonction du déplacement imposé pour différents niveaux de filtrage (b) Erreur systématique maximum mesurée en fonction de l'écart-type du filtre gaussien





**Figure III.4** – Évolution de l'erreur aléatoire pour une taille de fenêtre de corrélation de 128x128 pixels : (a) Évolution de l'erreur aléatoire en fonction du déplacement imposé pour différents niveau de filtrage (b) Évolution du maximum de l'erreur aléatoire en fonction de l'écart type du filtre gaussien pour différentes tailles de fenêtre de corrélation

La figure III.4 représente l'évolution de l'erreur aléatoire pour différents niveaux de filtrage. L'écart type du filtre gaussien a le même effet sur la valeur de l'erreur aléatoire, on peut néanmoins observer une stabilisation après un certain niveau de filtrage. Dans la figure III.4(a), cette stabilisation arrive après une valeur d'écart type égale à 10.5. La figure III.4(b) représente la valeur maximale de l'erreur aléatoire en fonction du niveau de filtrage pour différentes tailles de fenêtres de corrélation. Comme pour l'erreur systématique, l'erreur aléatoire est accentuée par la diminution de la fenêtre de corrélation.

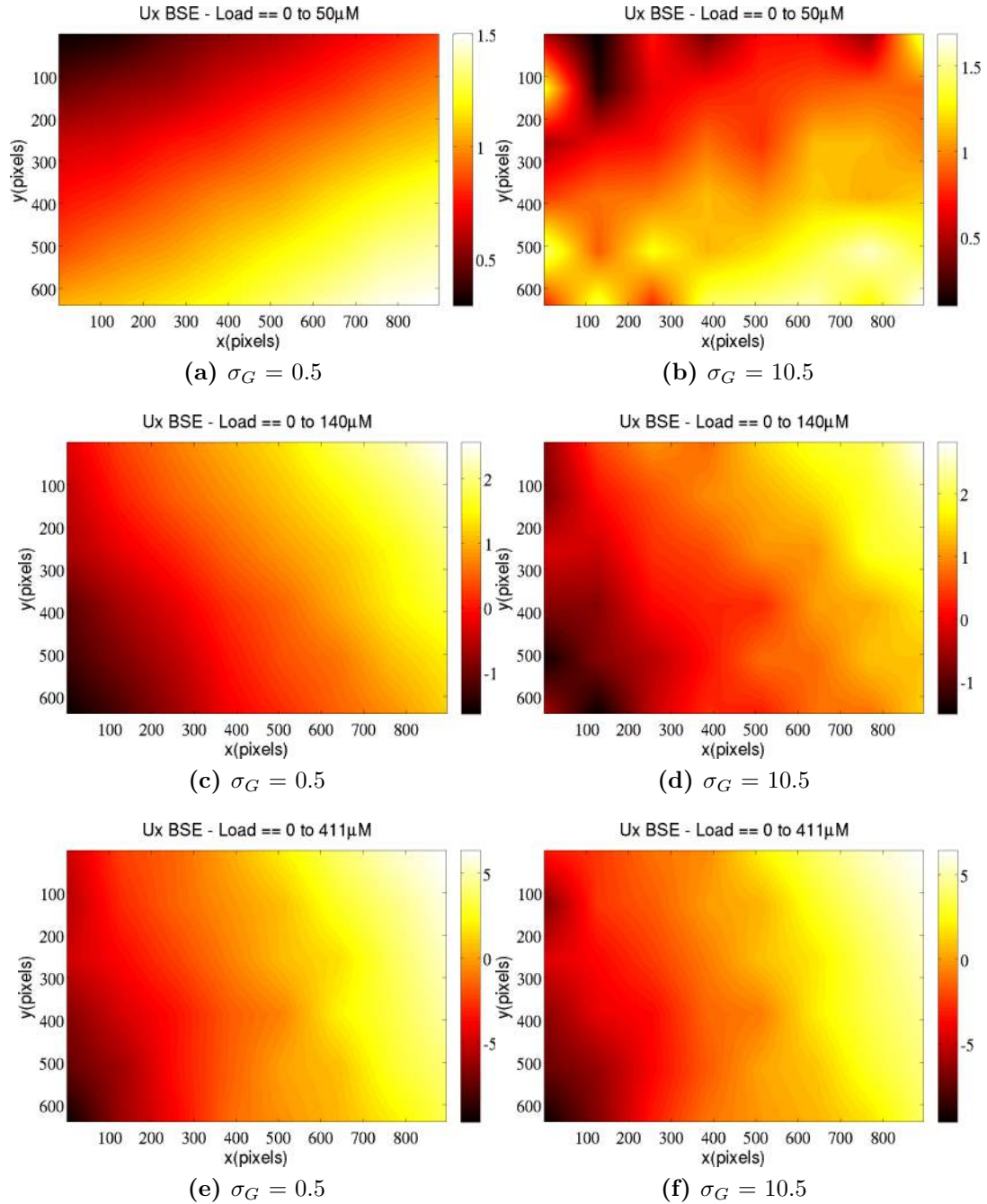
Le filtre gaussien permet d'atténuer le bruit aléatoire dans les images numériques obtenues au microscope électronique à balayage. Cependant son utilisation doit être contrôlée afin de ne pas trop dégrader l'information sur les champs de déplacement. Il semblerait, à partir des études réalisées, qu'un écart type de filtre jusqu'à 10.5 peut être toléré pour des fenêtres de corrélation de 64 et 128 pixels.

### 2.1.2 Résultats

La figure III.5 montre les champs de déplacement obtenus par corrélation d'images appliquée à la région montrée dans la figure III.2 lors de la traction *in situ*. Les figures III.5 (a), (c) et (e) montrent les champs de déplacements obtenus pour des images filtrées très légèrement. Les figures III.5 (b), (d) et (f) représentent les champs de déplacement pour des images filtrées avec un filtre gaussien d'écart type 10.5 (maximum accepté). On peut ainsi observer que l'ordre de grandeur des champs de déplacement mesurés est le même malgré le filtrage des images.

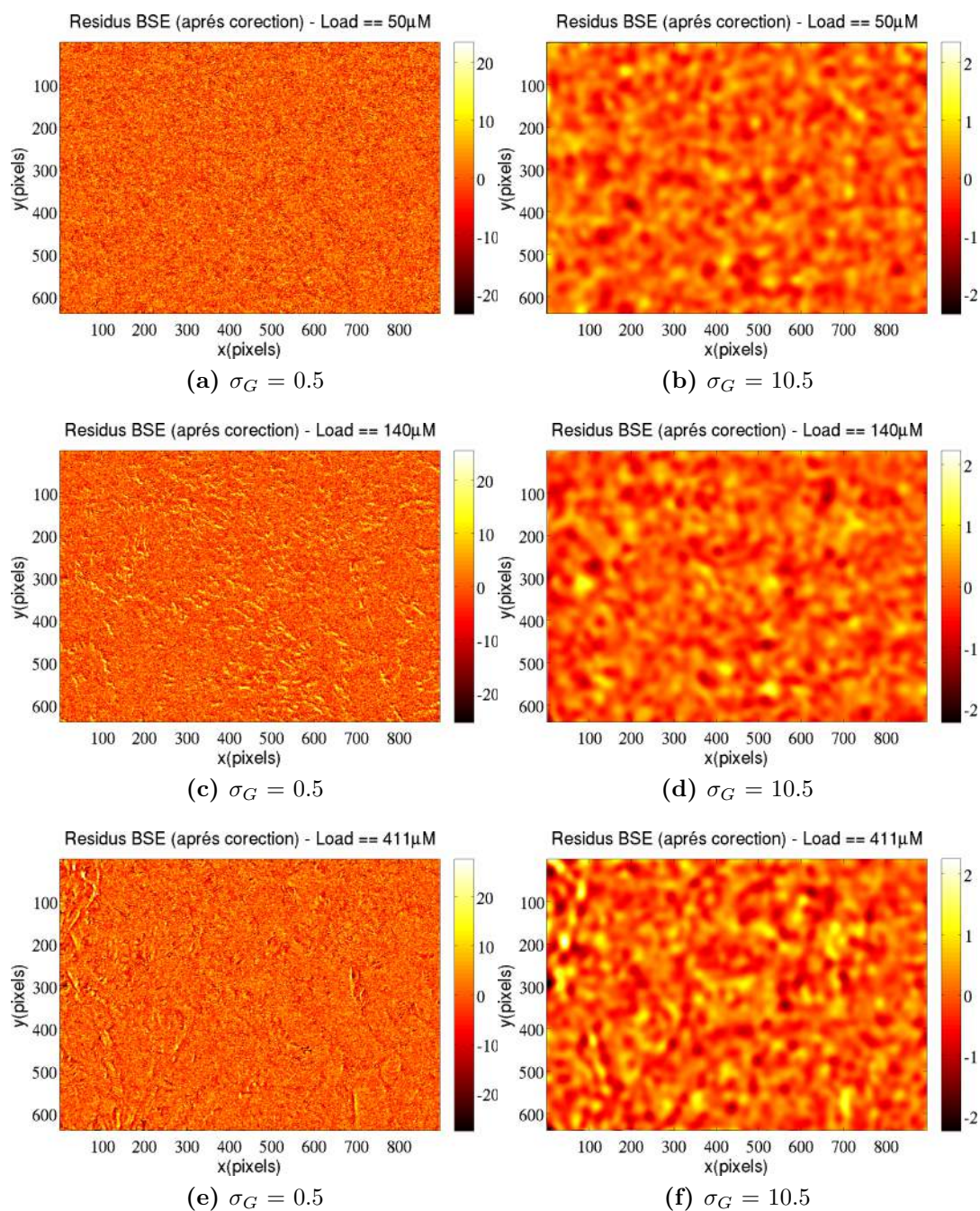
La figure III.6 montre l'évolution des résidus de corrélation en fonction du chargement, calculés à partir de l'équation III.22 correspondant à la figure III.5. On peut ainsi observer que le filtrage des images sert à atténuer très significativement les résidus de corrélation indiquant l'efficacité du filtre gaussien pour corriger le bruit aléatoire. Dans la figure III.6 (c) on peut voir légèrement apparaître la microstructure du matériau, en effet il s'agit des contours des particules intermétalliques. Il s'agit ici de l'erreur aléatoire provenant du balayage du MEB. Cette observation met en évidence la nécessité de filtrer les images pour limiter les erreurs d'interpolation.

Au dernier état de chargement dans la figure III.6(e), on peut voir apparaître dans la carte des résidus des bandes correspondant à un début de fissuration. Ces prémices de microfissures sont beaucoup moins visibles lorsque les images sont filtrées (figure III.6(f)), cela s'explique par le fait que ces bandes étant très minces (épaisses de quelques pixels), elles sont gommées par le filtre gaussien.



**Figure III.5** – Champs de déplacement mesuré en fonction du déplacement imposé - ZOI = 128x128 pixels - 1 pixel= 0.3 $\mu$ m

### III.2 Mesure de champs 2D par corrélation d'images numériques



**Figure III.6** – Résidus de corrélation en fonction du chargement et de l'écart type du filtre gaussien - ZOI = 128x128 pixels - 1 pixel= 0.3μm

## 2.2 Calcul des champs de déformation

Une fois les champs de déplacements obtenus, l'étape suivante consiste à calculer les champs de déformation. Pour cela quelques notions de la mécanique des milieux continus doivent être brièvement rappelées.

Soit  $\mathbf{X}(X, Y)$  la position dans la configuration de référence, et  $\mathbf{x}(x, y)$  la position dans configuration actuelle obtenue par corrélation d'images. La différence des centres des domaines entre les deux configurations donne les champs de déplacement  $\mathbf{U}(\mathbf{X})$  tels que :

$$\mathbf{U}(\mathbf{X}) = \mathbf{x} - \mathbf{X} \quad (\text{III.27})$$

Le tenseur gradient  $\underline{\underline{F}}$  au point  $\mathbf{X}$  de la transformation matérielle est défini par :

$$F_{ij} = \frac{\partial x_i}{\partial X_j} \quad (\text{III.28})$$

Ce qui donne :

$$\underline{\underline{F}} = \underline{\underline{I}} + \underline{\underline{H}} \quad (\text{III.29})$$

Où :

$$H_{ij} = \frac{\partial U_i}{\partial X_j} \quad (\text{III.30})$$

Le tenseur de Green-Lagrange peut alors être calculé par :

$$\underline{\underline{E}} = \frac{1}{2} (\underline{\underline{F}}^T \cdot \underline{\underline{F}} - \underline{\underline{I}}) \quad (\text{III.31})$$

Soit :

$$E_{ij} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial U_i}{\partial X_j} + \frac{\partial U_j}{\partial X_i} + \frac{\partial U_i}{\partial X_j} \cdot \frac{\partial U_j}{\partial X_i} \right) \quad (\text{III.32})$$

Si l'on fait l'hypothèse des petites déformations (l'incrément de déformation étant supposé petit entre deux instants consécutifs de chargement), on peut négliger les termes du second ordre et on obtient le tenseur des déformations linéarisées :

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial U_i}{\partial X_j} + \frac{\partial U_j}{\partial X_i} \right) \quad (\text{III.33})$$

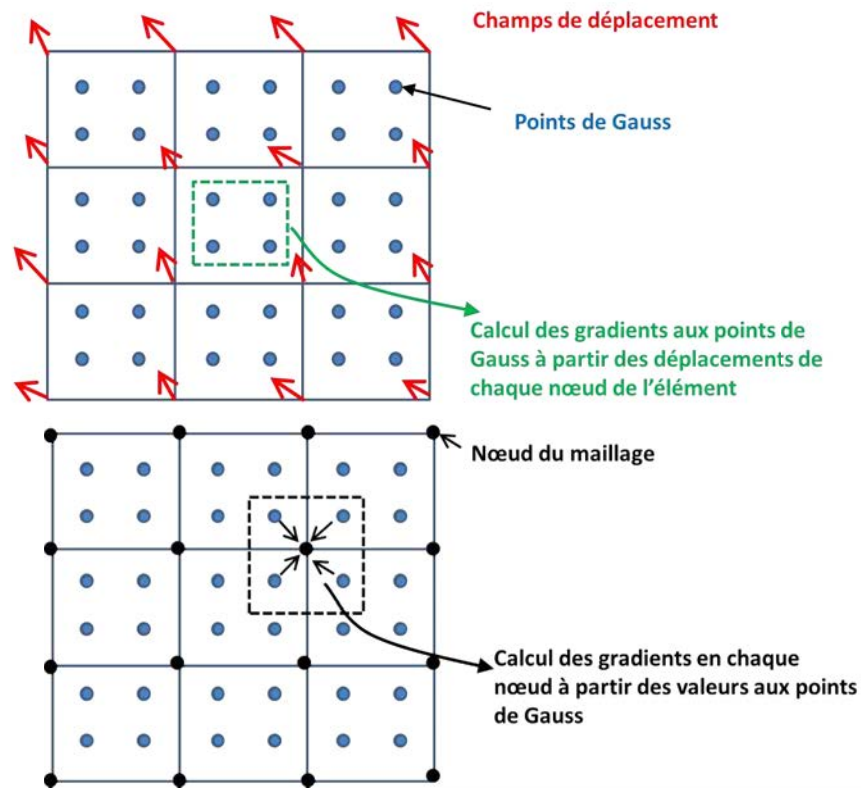
Le tenseur de déformation linéarisé peut être déterminé par différences finies des champs de déplacement entre les nœuds du maillage de corrélation. Une autre méthode existe et consiste à post traiter les champs de déplacements obtenus par corrélation d'images par un logiciel



de calcul éléments finis. Le code de calcul CASTEM2013, développé par le commissariat de l'énergie atomique, a été utilisé dans nos études. Ce code à l'avantage d'être maniable car les commandes sont rentrées sous forme de programme codé en langage dgibi. Les processus peuvent donc être automatisés et un dialogue avec le logiciel de calcul matriciel Matlab est possible. La procédure de calcul est expliquée dans la prochaine section.

### 2.2.1 Méthodes

La corrélation d'images par l'approche globale a l'avantage de traiter le problème de corrélation à la manière des éléments finis. Les hypothèses cinématiques des éléments utilisés (Q4) sont les mêmes qu'en éléments finis, les fonctions de formes utilisées pour l'interpolation des champs de déplacement sont identiques, assurant ainsi une cohérence entre les deux approches. La méthode consiste donc à récupérer les champs de déplacement en chaque nœud du maillage de corrélation et, de les fournir en entrée au code de calcul éléments finis CASTEM2013. La figure III.7 résume la procédure d'obtention des champs de déformation. Les éléments Q4 disposent chacun de 4 nœuds et 4 points de Gauss. Initialement CASTEM2013 utilise les fonctions de forme des éléments pour effectuer une interpolation bilinéaire à partir des déplacements de chaque nœud. La première étape consiste à calculer les gradients de déplacement en dérivant ces fonctions de forme en chaque point de Gauss. Ainsi on obtient des champs non uniformes au sein de chaque élément. La deuxième étape consiste à obtenir les gradients de déplacements en chaque nœud en faisant la moyenne des valeurs aux points de Gauss voisins. A travers ces différentes étapes on peut remarquer que finalement les valeurs des déformations à un nœud sont obtenues en tenant compte de son voisinage proche, c'est-à-dire les 8 nœuds des éléments voisins. La représentation graphique des champs de déformation est finalement obtenue par interpolation des champs de déformation aux nœuds à l'aide des fonctions de forme des éléments. Cette procédure est utilisée pour tous les calculs de déformation et sera étendue au cas 3D. Nous reviendrons sur les quelques particularités du cas 3D.



**Figure III.7** – Procédure d'obtention des champs de déformation par CASTEM2013

### 2.2.2 Analyses des champs de déformation

Bien que les mécanismes d'endommagement soient largement détaillés dans le chapitre 2, les mécanismes de déformation à l'origine sont inconnus. L'atout principal de se servir de la texture naturelle du matériau pour effectuer la corrélation d'images est de pouvoir relier les champs de déformation à la répartition spatiale des différentes phases.

La figure III.8 (a) montre le maillage préalablement défini sur la région que l'on souhaite suivre tout au cours de l'essai. Il faut noter que le maillage a été choisi très judicieusement vis-à-vis de la microstructure et de la résolution des champs cinématiques que l'on souhaite mesurer. En effet il faut que le maillage soit assez grand pour que chaque élément du maillage puisse disposer d'un marquage assurant ainsi la convergence de l'algorithme de corrélation. Par ailleurs, le maillage doit être assez petit pour capter les micromécanismes de déformation. Une fois le tenseur des déformations obtenu, la déformation équivalente est calculée en tous points

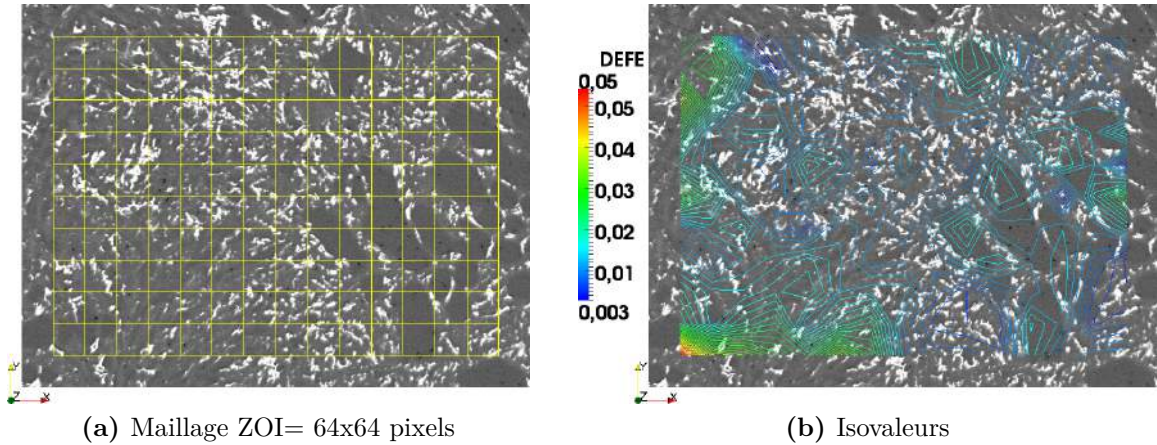
### III.2 Mesure de champs 2D par corrélation d'images numériques

de la région d'intérêt par la formule :

$$\varepsilon_{eq} = \sqrt{\frac{2}{3} \underline{\underline{\varepsilon}}_D : \underline{\underline{\varepsilon}}_D} \quad (\text{III.34})$$

Où  $\underline{\underline{\varepsilon}}_D$  est la partie déviatorique du tenseur des déformations linéarisées.

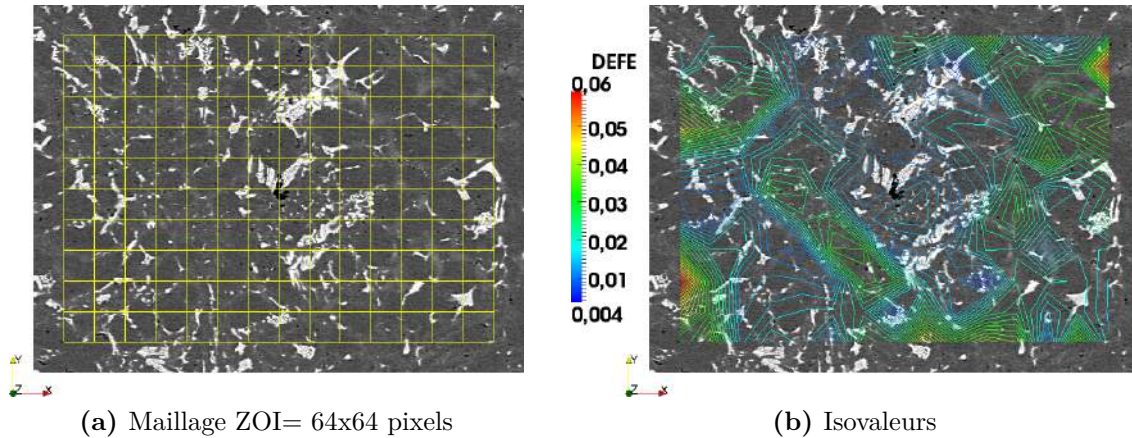
La figure III.8 (b) montre la répartition des *isocontours* des champs de déformation équivalente superposée à la microstructure. L'échantillon correspondant n'a pas été traité thermiquement, par conséquent les particules de silicium minces et allongées sont très difficiles à discerner, elles se trouvent néanmoins dans les zones apparaissant en gris clair. L'aluminium dendritique apparaît en gris foncé. En observant les *isocontours* de la déformation équivalente il semble que l'essentiel de la déformation du matériau reste localisée dans la zone eutectique (ne contenant pas d'intermétalliques) et dans l'aluminium dendritique. À côté de l'aluminium- $\alpha$  les *isocontours* de la déformation décrivent assez bien la forme des dendrites avec des amplitudes de déformation plus élevées que dans les régions contenant des intermétalliques.



**Figure III.8** – Champs de déformation équivalente, 1 pixel = 0.3  $\mu\text{m}$  : éprouvette non traitée thermiquement

Les intermétalliques sont des écrans à la déformation. On observe mieux ce phénomène dans la figure III.9. Le grossissement est ici deux fois plus élevé que dans la figure III.8. L'échantillon n'a pas été traité thermiquement. On peut nettement observer que les amas d'intermétalliques font écran à la déformation, qui se localise dans les régions contenant des particules de silicium et dans l'aluminium dendritique.



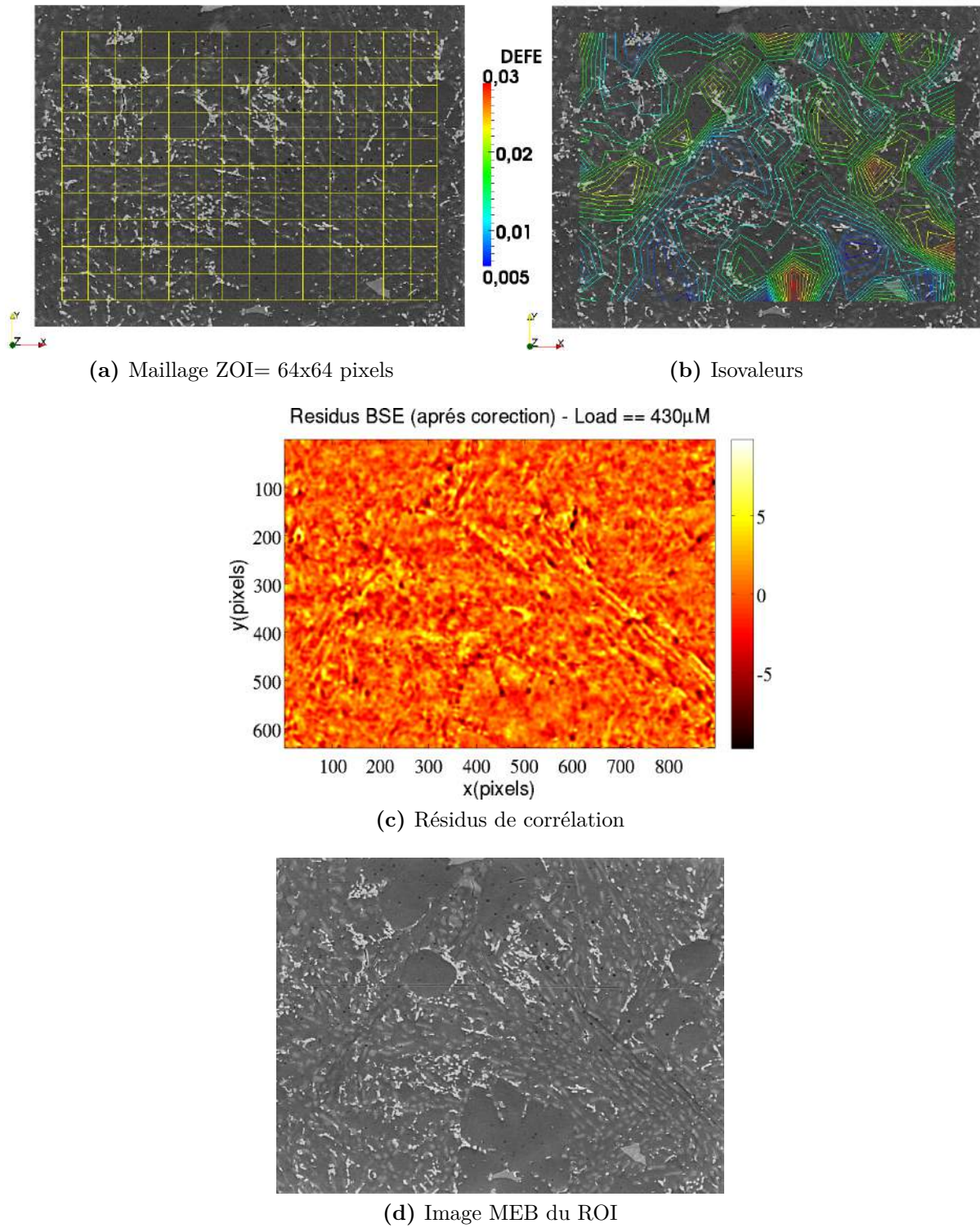


**Figure III.9** – Déformation équivalente, 1 pixel=  $0.15\mu\text{m}$  : *éprouvette non traitée thermiquement*

La figure III.10(b) représente les champs de déformation équivalente obtenus lors de la traction *in situ* sur une éprouvette préalablement traitée thermiquement. Les mécanismes de déformation sont identiques à ceux observés dans les éprouvettes non traitées thermiquement. Il apparaît ici clairement deux bandes de localisation orientées à environ  $45^\circ$  dans le même sens que les particules de silicium. Le niveau de déformation dans ces bandes de localisation excède les 2% alors qu'au niveau des amas d'intermétalliques il dépasse à peine les 0.1%. La figure III.10(d) montre l'apparition de bandes de glissement à l'endroit où la déformation se localise. Ces lignes de glissement sont aussi visibles sur la carte des résidus dans la figure III.10(c). On peut remarquer que ces lignes de glissement correspondent à un cisaillement à l'interface entre la matrice d'aluminium et les particules de silicium. Ceci est en accord avec les mécanismes de décohésion décrits dans le chapitre 2 II.22.

Dans le chapitre 2, des observations au MEB et en tomographie ont montré que l'endommagement se produisait essentiellement par rupture des particules intermétalliques et décohésion à l'interface des particules de silicium. Lorsque la déformation devient importante on note le détachement d'amas de particules intermétalliques de la particule interconnectée initiale II.22. Les mécanismes de déformation montrent donc que le détachement de ces amas de particules intermétalliques sont dus à la progression des bandes de localisation de la déformation. Les particules intermétalliques étant fragiles, interconnectées et très peu déformables, le clivage des amas est dû au passage des bandes de localisation. Ces bandes de localisation n'ayant d'autres choix que de se propager aux endroits correspondant aux points faibles (connexion assurée par peu de branches) de la particule intermétallique interconnectée initiale.

### III.2 Mesure de champs 2D par corrélation d'images numériques



**Figure III.10** – Déformation équivalente, 1 pixel= 0.3  $\mu$ m : éprouvette traitée thermiquement

### 3 Mesures de champs 3D

Avec les progrès des techniques d'imagerie en tomographie, les techniques de corrélation d'images se sont étendues au cas 3D apportant ainsi des informations supplémentaires par rapport aux techniques classiques 2D. L'intérêt majeur de la corrélation d'images 3D est pour l'étude de l'endommagement [90, 109, 131] des matériaux. La corrélation d'images 3D permet de relier l'endommagement qui est une variable interne aux mécanismes de déformations locales au cœur de la matière jusque-là inaccessibles. Comme pour les techniques 2D deux groupes d'algorithmes de corrélation d'images existent, ceux plus répandus basés sur une approche locale [55, 96] et ceux basés sur une approche globale [132]. Pour nos études nous avons utilisé le logiciel CMV3D développé au laboratoire Navier de l'école des Ponts et Chaussées. CMV3D permet d'obtenir des champs de déplacements à partir d'images 3D. CMV3D utilise une approche locale de la corrélation d'images dont on va brièvement rappeler le principe.

#### 3.1 Formulation mathématique du problème de corrélation 3D

La corrélation d'images par l'approche locale consiste à rechercher l'homologue de chaque fenêtre de corrélation indépendamment lors de la transformation. Soit  $\mathbf{X}$  la position des points dans la configuration de référence et  $\mathbf{x}$  la position dans l'état déformé. On peut exprimer les champs de déplacement par :

$$\mathbf{U}(\mathbf{X}) = \mathbf{x} - \mathbf{X} \quad (\text{III.35})$$

Il existe une transformation matérielle  $\mathbf{x} = \phi(\mathbf{X})$  telle que :

$$\phi(\mathbf{X}) = \mathbf{X} + \mathbf{U}(\mathbf{X}) \quad (\text{III.36})$$

En faisant un développement de Taylor à l'ordre 1 et en supposant la variation des champs de déplacements linéaires, cette transformation matérielle peut être approchée par :

$$\phi_0(\mathbf{X}) = \mathbf{X} + \mathbf{U}(\mathbf{X}_0) + \frac{\partial \mathbf{U}(\mathbf{X}_0)}{\partial \mathbf{X}}(\mathbf{X} - \mathbf{X}_0) \quad (\text{III.37})$$

La transformation correspond à une translation et un gradient local homogène dans la fenêtre de corrélation. Cette transformation prend donc en compte la déformation locale et la rotation de corps rigide. En 3D elle est définie par 12 paramètres : 3 composantes de translation et 9 paramètres du gradient de la transformation  $\left(u, v, w, \frac{\partial u}{\partial x}, \frac{\partial u}{\partial y}, \frac{\partial u}{\partial z}, \frac{\partial v}{\partial x}, \frac{\partial v}{\partial y}, \frac{\partial v}{\partial z}, \frac{\partial w}{\partial x}, \frac{\partial w}{\partial y}, \frac{\partial w}{\partial z}\right)$ .

### 3.1.1 Coefficient de corrélation

Pour déterminer le minimum de la transformation locale  $f(\mathbf{X}) - g(\phi_0(\mathbf{X}))$ , l'approche locale utilise le coefficient de corrélation défini par :

$$C = 1 - \frac{\sum_{\mathbf{X} \in D} (f(\mathbf{X}) - \bar{f}_D) \cdot (g(\phi(\mathbf{X})) - \bar{g}_D)}{\sqrt{\sum_{\mathbf{X} \in D} (f(\mathbf{X}) - \bar{f}_D)^2} \cdot \sqrt{\sum_{\mathbf{X} \in D} (g(\phi(\mathbf{X})) - \bar{g}_D)^2}} \quad (\text{III.38})$$

Cette formulation du coefficient de corrélation est identique à celle formulée dans le chapitre 2 et n'est pas sensible à la variation de contraste et de luminosité. En 3D elle permet d'approximer au voxel près le déplacement du centre de chaque fenêtre de corrélation.

### 3.1.2 Procédure de minimisation et précision subvoxel

Le coefficient de corrélation permet d'obtenir dans un premier temps un vecteur  $P_0$  correspondant à la meilleure approximation de  $\phi_0$  pour une translation au voxel près. Pour obtenir  $P_0$  on explore toutes les translations entières de voxels possibles sur une zone de recherche choisie. Cette position est déduite de la translation connue du point calculé précédemment. La procédure de minimisation consiste à rechercher une position plus fine (fraction de voxel)  $\mathbf{P}$  par la méthode du premier gradient en partant de la position initiale  $\mathbf{P}_0$ , avec  $\mathbf{P}_0 = (u_0, v_0, w_0, 0, 0, 0, 0, 0, 0, 0, 0, 0)$ . On a  $\mathbf{P} = (u, v, w, \frac{\partial u}{\partial x}, \frac{\partial u}{\partial y}, \frac{\partial u}{\partial z}, \frac{\partial v}{\partial x}, \frac{\partial v}{\partial y}, \frac{\partial v}{\partial z}, \frac{\partial w}{\partial x}, \frac{\partial w}{\partial y}, \frac{\partial w}{\partial z})$ . La procédure que nous appellerons procédure d'optimisation, consiste à construire une suite décroissante  $P_n$  et de calculer le gradient du coefficient de corrélation  $C$  :

$$\mathbf{P}_{n+1} = \mathbf{P}_n - a \frac{\frac{\partial C}{\partial \mathbf{P}}(\mathbf{P}_n)}{\|\frac{\partial C}{\partial \mathbf{P}}(\mathbf{P}_n)\|} \quad (\text{III.39})$$

Où  $a$  est un paramètre à ajuster qui correspond à la distance entre deux valeurs successives de la suite  $\mathbf{P}_n$

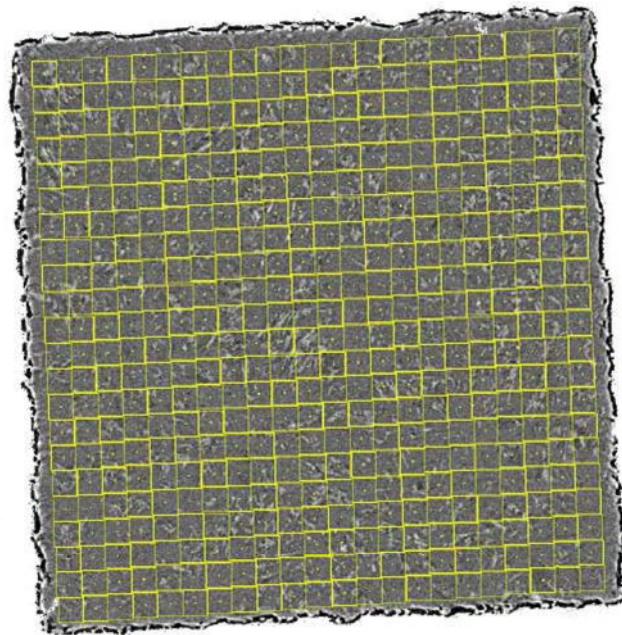
$$\|\mathbf{P}_{n+1} - \mathbf{P}_n\| = a \quad (\text{III.40})$$

Dans la procédure une interpolation trilineaire des niveaux de gris a été choisie. La convergence de l'algorithme est fixée par un test lorsque la norme du gradient est inférieure à une limite infinitésimale (critère d'arrêt). A l'issue de ce calcul, la procédure de corrélation permet d'obtenir la position finale dans l'image déformée de chaque point défini à l'état de référence.

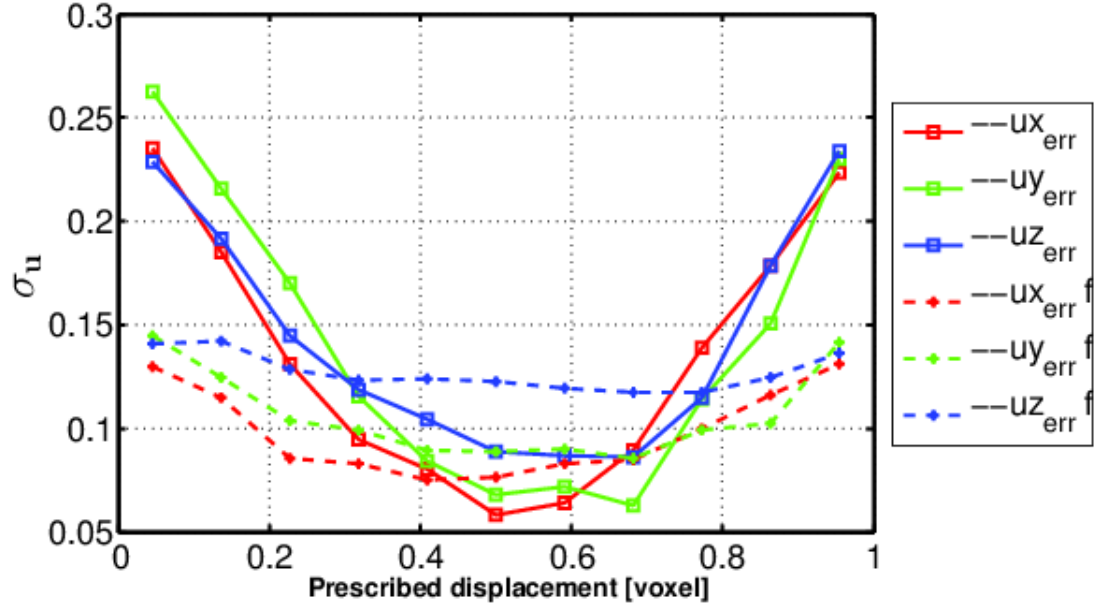


### 3.2 Champs de déplacement 3D

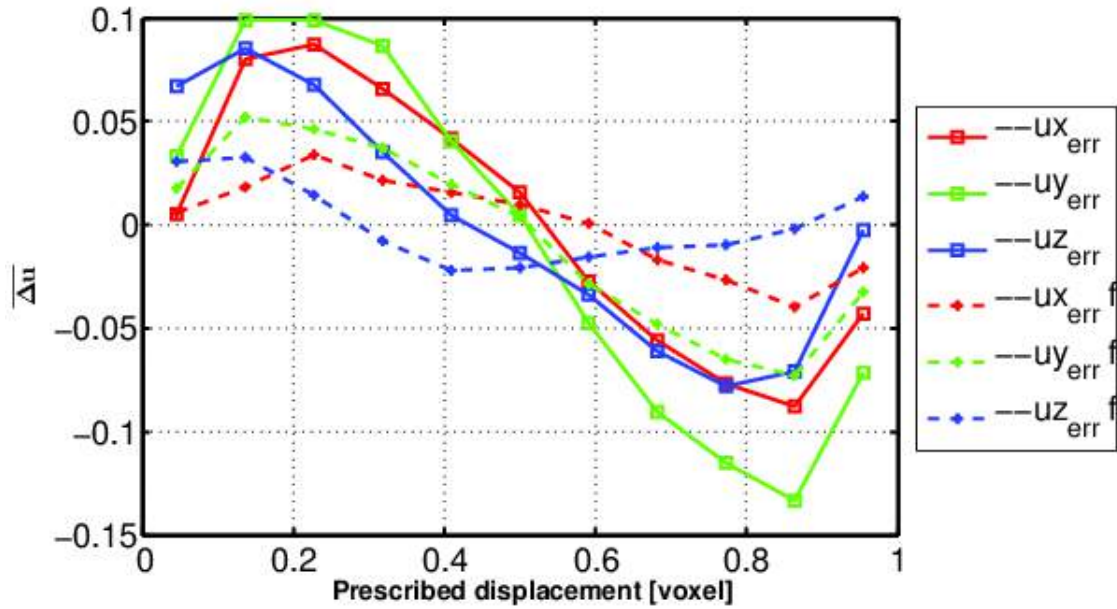
La technique de la corrélation d'images par l'approche locale estime le déplacement du centre de chaque fenêtre de corrélation au cours du chargement. Les centres des fenêtres de corrélation sont utilisés pour construire un maillage régulier dont les éléments sont des cubes à 8 nœuds. La taille des fenêtres de corrélation détermine l'espacement de la grille, elle a été choisie vis-à-vis de la microstructure afin de garantir un marquage indispensable pour la corrélation d'images. Les volumes reconstruits sur la ligne ID15 de l'ESRF ne permettent pas d'observer tous les détails de la microstructure comme dans les images MEB (voir chapitre 2). Le marquage est ici seulement assuré par les particules intermétalliques, qui apparaissent en blanc dans un fond grisé qui regroupe les particules de silicium et la matrice d'aluminium (voir figure III.11). Comme pour les images MEB un pré-traitement d'images est nécessaire afin d'atténuer le bruit aléatoire lié à l'imagerie. Pour cela un filtre gaussien 3D a été utilisé par l'intermédiaire du logiciel ImageJ. La figure III.12 représente l'erreur systématique et aléatoire calculée par les équations (III.26) et (III.25). On peut voir que le filtrage des images contribue à améliorer très considérablement la précision sur la mesure des déplacements. Cette amélioration est d'ailleurs plus élevée pour les déplacements subpixels proches de 0 et 1. Ce qui permet de gagner en précision de mesure pour les petites déformations. La figure III.13 représente les champs de déplacements mesurés dans la région proche de l'entaille.



**Figure III.11** – Observation d'une section d'éprouvette montrant la taille des fenêtres de corrélation (32x32x32 voxels) : *Les noeuds du maillage final correspondent aux centres des fenêtres de corrélation.*

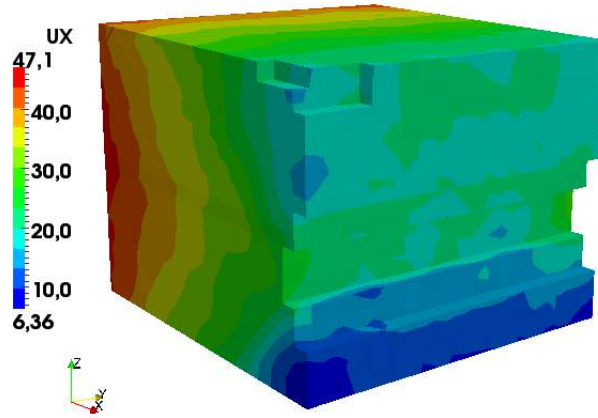


(a) Erreur aléatoire

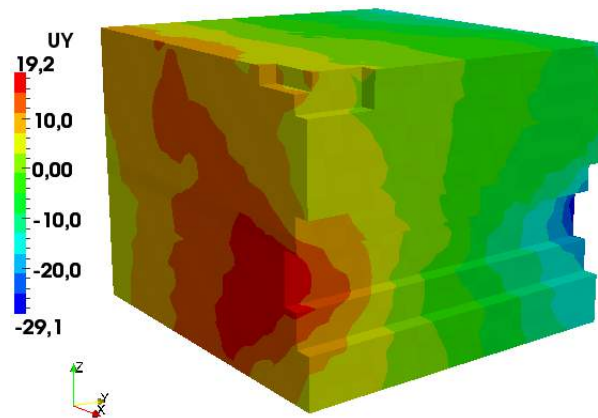


(b) Erreur systématique

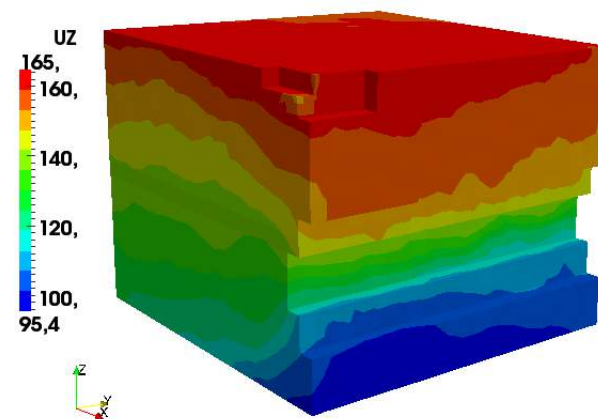
**Figure III.12** – Courbes d'erreur (a) aléatoire et (b) systématique :  $ux_{err}$ ,  $uy_{err}$ ,  $uz_{err}$  représente les erreurs respectivement selon les axes  $x$  et  $y$  et  $z$  pour les images non filtrées, et  $ux_{errf}$ ,  $uy_{errf}$ ,  $uz_{errf}$  les erreurs pour les images filtrées



(a) UX (voxels)



(b) UY (voxels)



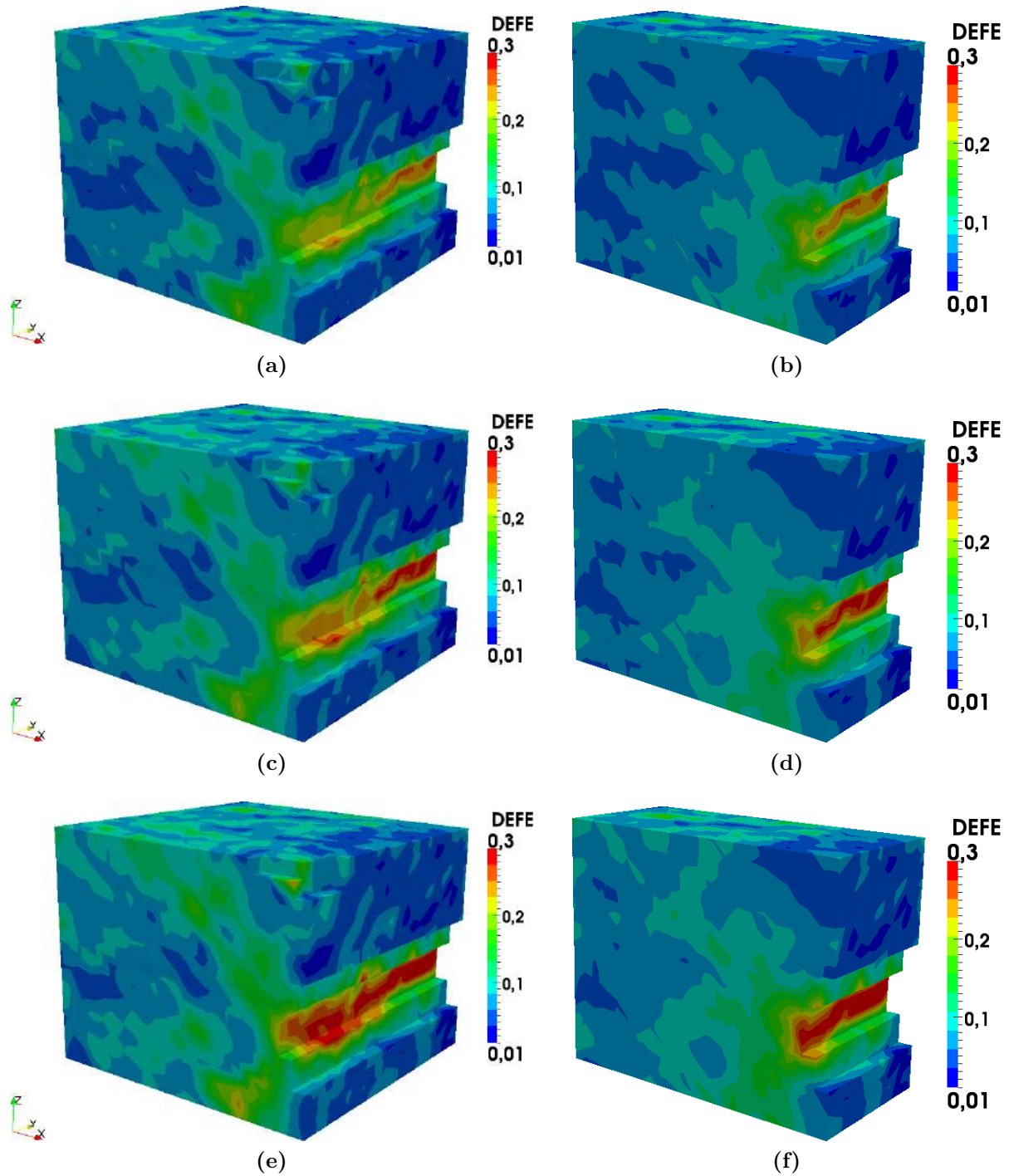
(c) UZ (voxels)

**Figure III.13** – Champs de déplacements 3D obtenus par CMV3D dans la région de l'entaille pour un déplacement macroscopique imposé de  $U_Z = 370 \mu\text{m}$  (fin d'essai) - 1 voxel =  $1.4 \mu\text{m}$

### 3.3 Calcul des déformations

Les techniques utilisées pour le calcul des déformations 2D sont ici étendues au cas 3D. Le tenseur des déformations linéarisées est calculé de la même manière que dans le cas 2D, c'est-à-dire via le code de calcul éléments finis CASTEM2013. Les éléments du maillage ne sont plus des Q4 mais des Q8 contenant huit points de Gauss. La figure III.14 représente les champs des déformations équivalentes mesurées en tout points de l'éprouvette par corrélation d'images numérique 3D. Les états représentés ici correspondent aux trois derniers états avant la rupture de l'éprouvette. Les figures III.14 (b), (d) et (f) représentent une coupe de l'éprouvette qui permet d'observer les champs de déformations à cœur. On peut observer sur les figures III.14 (a), (c) et (e) une localisation à 45 ° des champs de déformation due à l'entaille. Cependant cette localisation en bande s'estompe au cœur de l'éprouvette pour se concentrer en fond d'entaille. Ces observations mettent clairement en évidence que les mécanismes de déformations au cœur de l'éprouvette et à la surface ne sont pas les mêmes. Cette observation conforte la nécessité de procéder à des études 3D, les études 2D n'étant représentatives que des mécanismes en surface.





**Figure III.14** – Champs de déformations équivalentes dans la région de l'entaille correspondant aux trois derniers états de chargement avant la rupture de l'éprouvette : (a) (c) (e) représente toute la région observée et (b) (d) (f) correspondent à observation de la même région avec une coupe à mi-épaisseur - 1 voxel = 1.4  $\mu\text{m}$

## 4 Mesures de l'endommagement

### 4.1 Principe

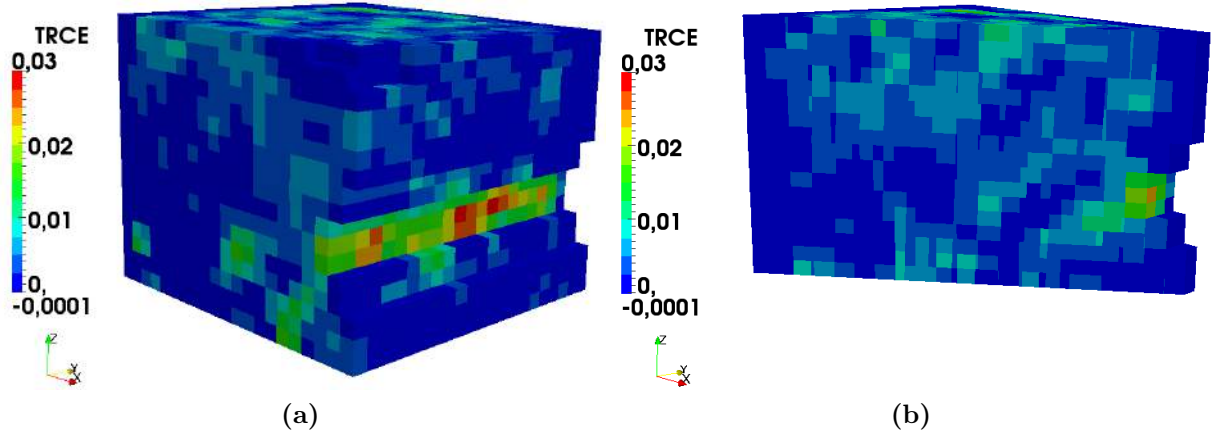
Nous définissons ici l'endommagement comme étant la variation de volume lors du chargement (sans la variation de volume due à la déformation élastique), le matériau étant considéré incompressible, l'accroissement de volume est causé par l'apparition de cavités. On sait que :

$$\frac{\Delta V}{V_0} \simeq \ln\left(\frac{V}{V_0}\right) = \text{Trace}(\underline{\underline{\varepsilon}}) \quad (\text{III.41})$$

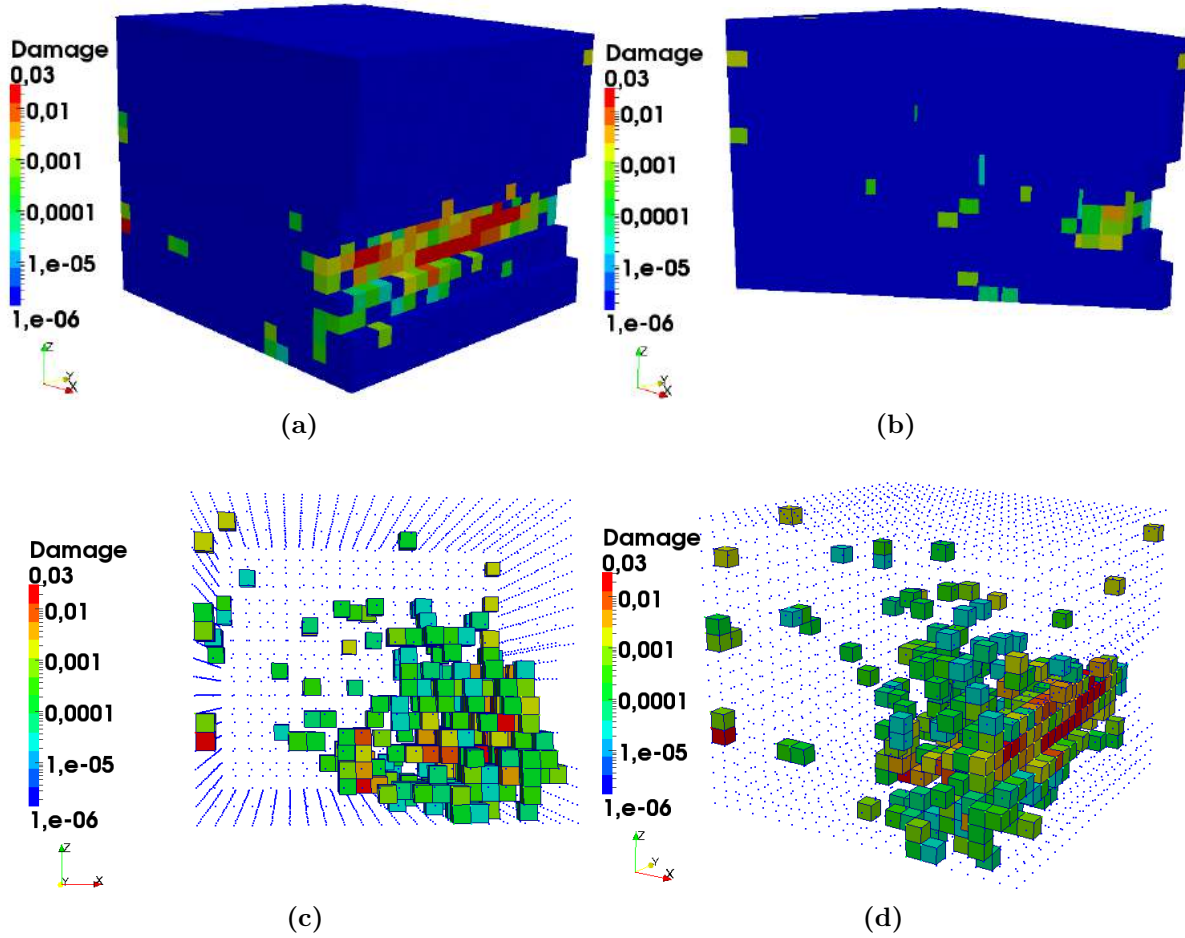
On peut donc mesurer l'endommagement du matériau lors du chargement à l'aide d'une part de la fraction volumique des cavités détectées, et d'autre part, par la dilatation du matériau qui correspond à la trace du tenseur des déformations mesurées.

La figure III.15 montre les champs de dilatation en tout points dans la région de l'entaille. L'état de chargement est le même que dans la figure III.14. Comme on pouvait s'y attendre l'endommagement, comme la déformation, est localisé en fond d'entaille. On peut voir que l'endommagement est maximal aux points où la déformation est maximale, laissant *a priori* penser que l'endommagement est guidé par la déformation. Nous reviendrons sur ce point. Par ailleurs à l'aide des images tomographiques, on peut mesurer l'endommagement en quantifiant la porosité lors du chargement. Le maillage utilisé pour la corrélation d'images numériques peut aussi servir de grille pour mesurer la fraction volumique moyenne de vides pour chaque élément.

On peut ainsi suivre tout au long de l'essai l'évolution de la fraction volumique de cavités pour chaque élément. Pour une meilleure précision la déformation des éléments est prise en compte. En effet, pour chaque état de chargement, les éléments sont d'abord déformés de la valeur du déplacement mesuré. Ensuite les 6 faces de l'octaèdre servent à définir le domaine de mesure de l'élément. En procédant ainsi on peut directement comparer la porosité mesurée à la déformation et dilatation du matériau. Dans la figure III.16, comme dans la figure III.15, la porosité est localisée au niveau d'entaille, là où la déformation se localise et la triaxialité est la plus importante. Les figures III.16 (b) et (d) montrent l'étendue de l'endommagement dans la région de l'entaille en enlevant tous les éléments non endommagés.



**Figure III.15** – Dilatation moyenne par élément mesurée par corrélation d'images 3D avec CMV3D :  
La taille de fenêtre de corrélation est de  $32 \times 32 \times 32$  voxels - 1 voxel =  $1.4 \mu\text{m}$



**Figure III.16** – Fraction volumique moyenne par élément de vides mesurée à partir des cavités détectées par segmentation des images tomographiques : Avant dernier état de chargement - La taille d'un élément est de  $32 \times 32 \times 32$  voxels - 1 voxel =  $1.4 \mu\text{m}$

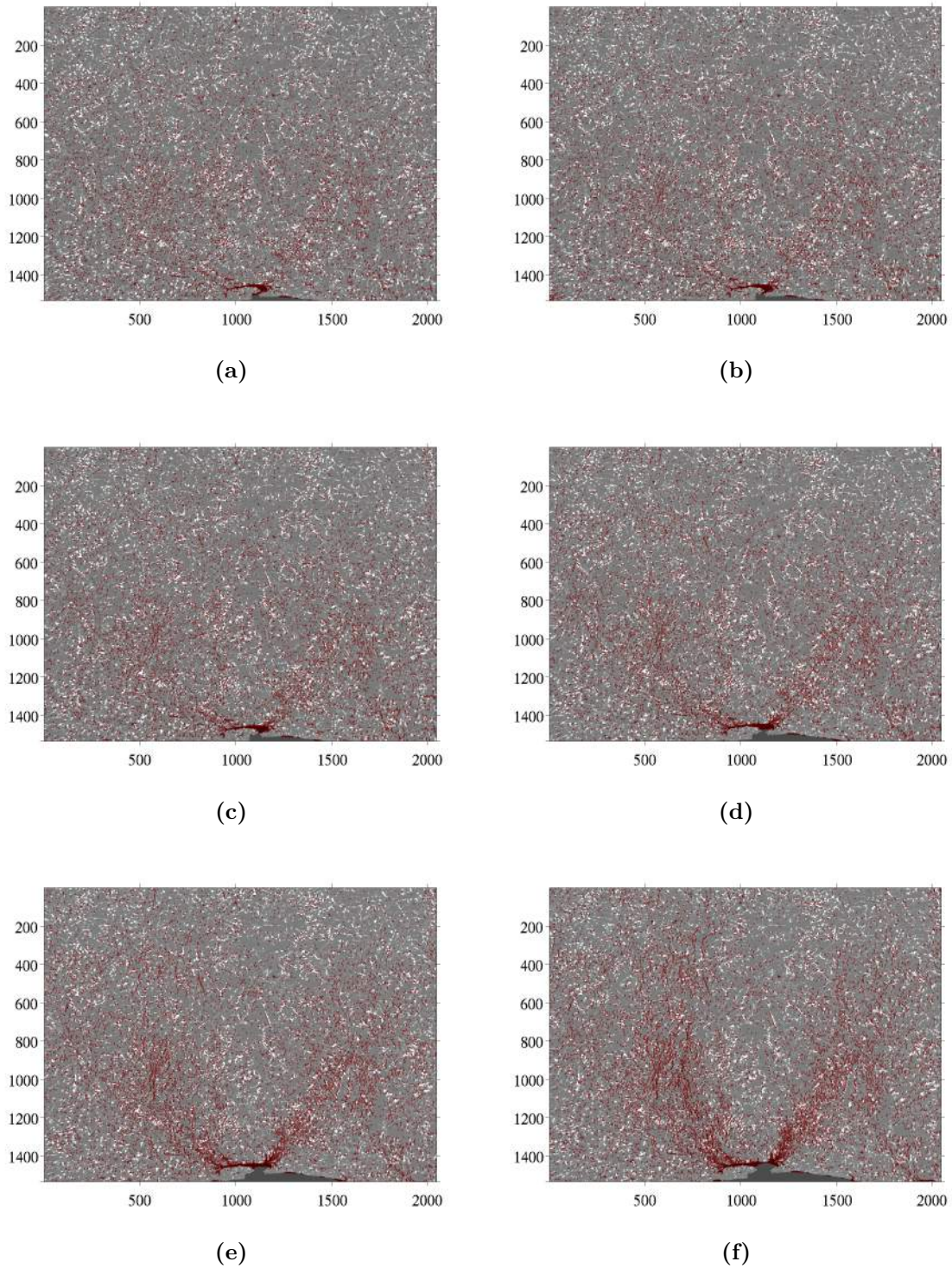
### 4.2 Comparaison des mesures de l'endommagement 3D et 2D

L'une des limitations majeures des techniques de tomographie au rayon X est la résolution. La technique ne cesse de s'améliorer et aujourd'hui des résolutions de  $0.7 \mu\text{m}$  peuvent être atteintes en tomographie rapide sur la ligne ID15 de l'ESRF. Des images à très haute résolution conduisent cependant à des données de très grandes taille dont le traitement peut être onéreux. Pour des microstructures dont les détails sont à l'échelle du micromètre, la résolution des images doit être en dessous du micromètre sinon égale au micromètre.

La résolution des images tomographiques dont nous disposons est de  $(1.4 \mu\text{m})^3$  pour 1 voxel, ce qui est actuellement l'une des plus fines résolutions que l'on peut obtenir en imagerie 3D pour des matériaux métalliques sur la ligne ID15. L'imagerie au microscope électronique à balayage permet d'obtenir des images de bonne qualité (moins bruitées que les images tomographiques) dont les résolutions sont bien au-dessus des limitations des techniques 3D. Nous voulons dans cette partie étudier l'influence de la résolution sur la mesure de la porosité de notre matériau au cours de la déformation. Une seconde étape consistera à identifier une loi d'endommagement.

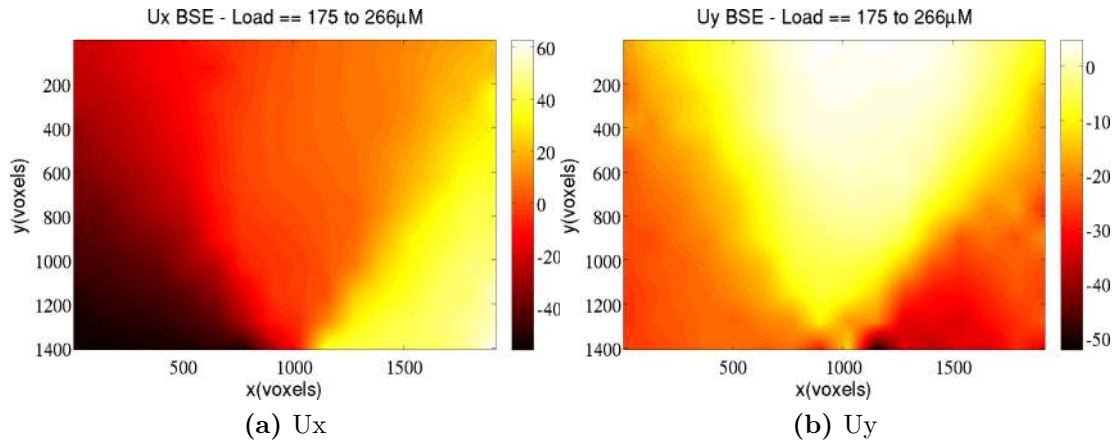
La figure III.17 représente l'évolution de la porosité dans la région de l'entaille au cours du chargement sous MEB. Les cavités ici de couleur rouge sont initialement segmentées et ensuite superposées à la microstructure initiale. Les images sont de taille 1536 pixels x 2048 pixels pour une taille de pixel =  $0.585 \mu\text{m}$  (haute résolution). La première remarque est que les cavités sont de très petites tailles, et leur densité augmente très rapidement en fonction du chargement. Sur les figures III.17 (e) et (f) on peut observer que la porosité se localise sous forme de bandes symétriques à  $45^\circ$  de part et d'autre de l'entaille. Sur la figure III.17 (f) on peut voir apparaître de plus grandes cavités assimilables à des microfissures (formes allongées et orientées perpendiculairement à la direction de traction). L'apparition de ces cavités est plus marquée sur la bande côté gauche que la bande du côté droit indiquant *a priori* une propagation de la fissure dans cette direction. Pour comprendre les mécanismes à l'origine de l'endommagement, la technique de la corrélation d'images 2D précédemment décrite a été utilisée. On peut ainsi avoir accès au tenseur des déformations en tout point de la région d'intérêt.



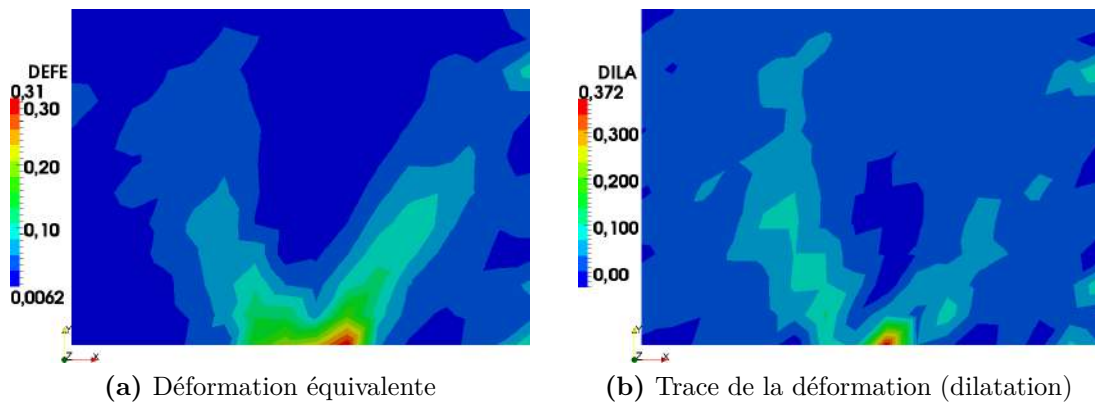


**Figure III.17** – Suivi de l'endommagement au cours de la traction dans la région de l'entaille - 1 pixel =  $0.585 \mu\text{m}$

La figure III.18 représente les champs de déplacements obtenus par corrélation d'images dans la région de l'entaille. La figure III.19(a) représente la déformation équivalente correspondant à la figure III.17 (f). Comme pour la porosité, on peut voir apparaître deux bandes de cisaillement à  $45^\circ$  indiquant que l'endommagement est principalement contrôlé par la déformation plastique. La figure III.19(b) représente la dilatation du matériau obtenue en calculant la trace du tenseur des déformations. Il est à noter ici que la dilatation mesurée du matériau est en accord avec la localisation de la porosité observée dans la figure III.17 (f). On peut ainsi observer une localisation de l'endommagement du côté gauche de l'entaille. Pour connaître les relations qui relient les différentes quantités (porosité, déformations équivalente, dilatation) on peut calculer l'évolution de leurs valeurs moyennes dans la région d'intérêt.



**Figure III.18** – Champs de déplacement obtenus par corrélation d'images dans la région de l'entaille - 1 pixel =  $0.585 \mu\text{m}$



**Figure III.19** – Visualisation 2D des champs de déformation (a) et de dilatation (b) dans la région de l'encoche lors de la traction in situ dans le MEB

### Chapitre III. MECANISMES DE DEFORMATION ET MODELISATION NUMERIQUE DE L'ENDOMMAGEMENT

---

Le tenseur des déformations moyen dans une région d'intérêt est obtenu en faisant la moyenne volumique des déformations locales obtenues par corrélation d'images :

$$\begin{aligned}\underline{\underline{E}} &= \langle \underline{\underline{\varepsilon}} \rangle \\ &= \frac{1}{\Omega} \int \underline{\underline{\varepsilon}}(\mathbf{x}) d\Omega\end{aligned}$$

A partir du tenseur des déformations dans la région d'intérêt, on calcule la déformation équivalente par :

$$E_{eq} = \sqrt{\frac{2}{3} \underline{\underline{E}}_D : \underline{\underline{E}}_D} \quad (\text{III.42})$$

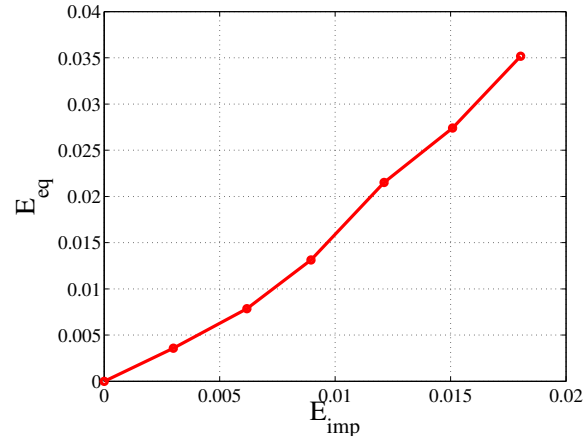
La dilatation globale du matériau lors du chargement est obtenue en calculant la trace du tenseur des déformations dans la région d'intérêt  $\underline{\underline{E}}$  :

$$E_{kk} = \text{Trace}(\underline{\underline{E}}) \quad (\text{III.43})$$

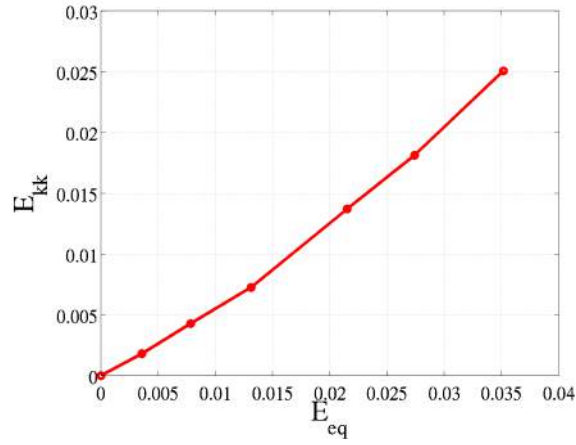
La trace de la déformation plastique moyenne due à la porosité est calculée à partir de la fraction volumique de vides  $f$  mesurée à chaque instant de chargement en considérant que la matrice est incompressible.

$$Ep_{kk_e} = \ln \left( \frac{1 - f_0}{1 - f} \right) \quad (\text{III.44})$$

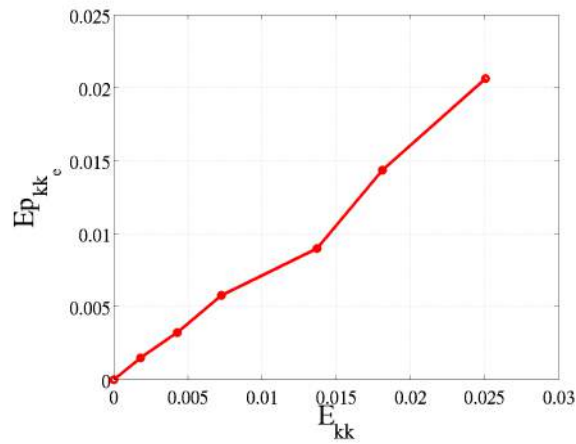
La figure III.20 (b) représente l'évolution de la dilatation moyenne du matériau en fonction de la déformation moyenne équivalente. L'accroissement de volume par dilatation s'accélère en fonction du chargement. La figure III.20 (c) représente la trace de la déformation plastique due à la porosité en fonction de la dilatation totale du matériau. Il est très intéressant d'observer que la trace de la déformation plastique évolue de manière linéaire avec la trace de la déformation totale, avec une pente de la droite presque égal à 1. Cette observation confirme que la porosité est principalement responsable de l'accroissement de volume mesuré par corrélation d'image. Donc la fraction de vides détectés en imagerie MEB est très proche de la fraction de vides réellement présents dans le matériau.



(a)



(b)

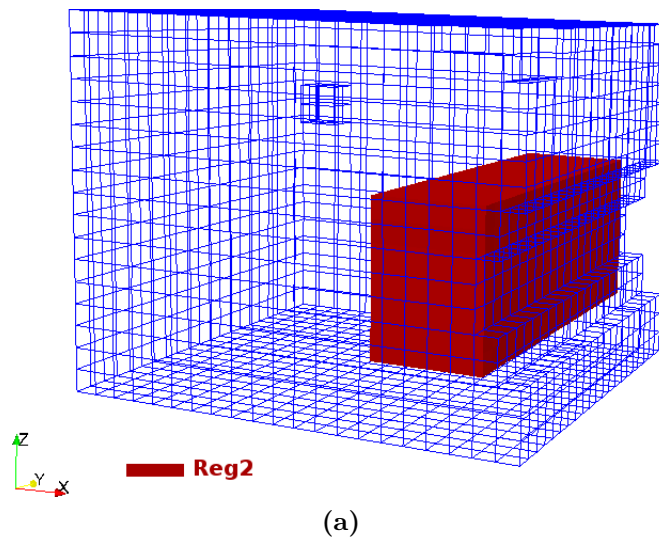


(c)

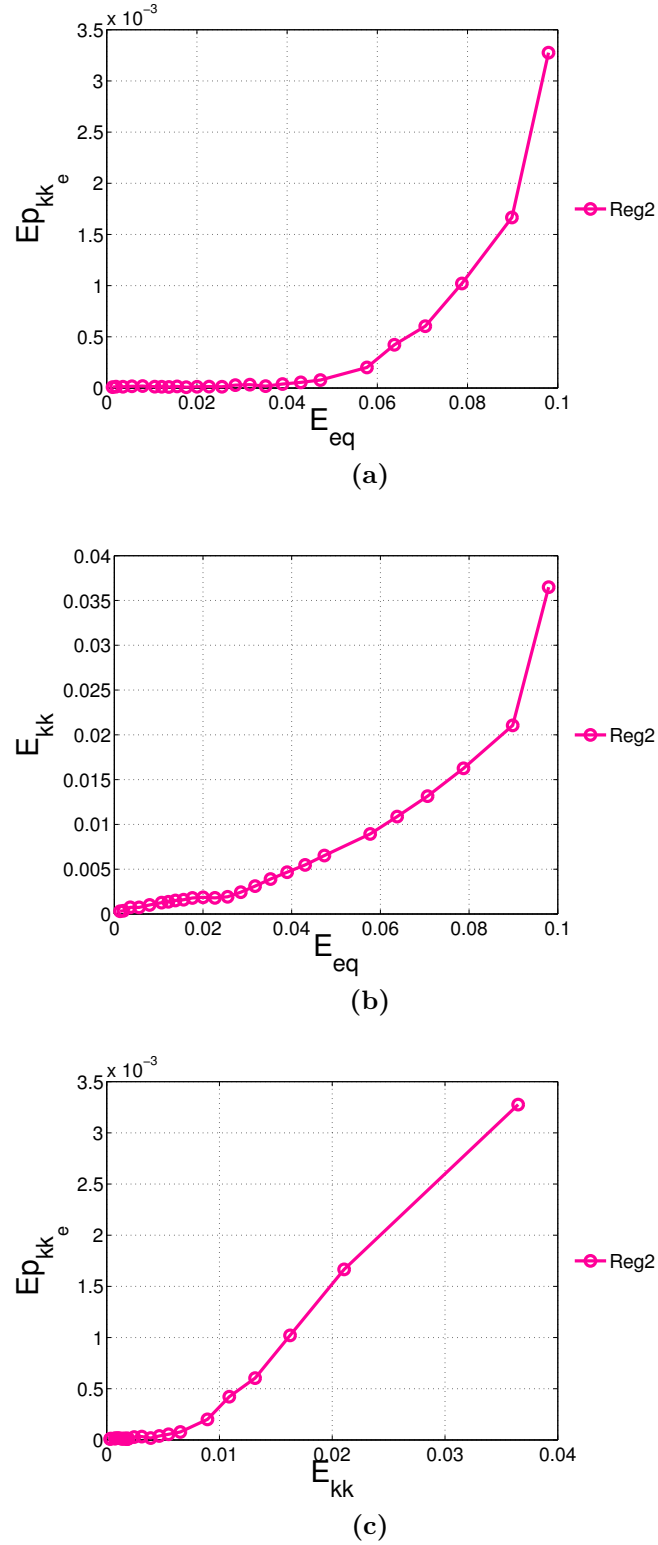
**Figure III.20** – Évolution de l'endommagement lors de la traction *in situ* au MEB : (a) représente l'évolution de la déformation équivalente mesurée en fonction de la déformation théorique imposée (en considérant que l'éprouvette est lisse) (b) l'évolution de la trace de la déformation mesurée en fonction de la déformation équivalente mesurée et (c) représente l'évolution théorique de la trace de la déformation plastique cumulée calculée à partir de la porosité mesurée en fonction de la trace de la déformation mesurée.



L'étude que nous avons menée en 2D est aussi réalisée en 3D en utilisant les volumes reconstitués par tomographie. La figure III.21 représente la région (Reg2) qui a été suivie tout au cours du chargement. La figure III.22 (c) représente l'évolution de la trace de la déformation plastique en fonction de la trace de la déformation totale. Une différence notable est ici apparente par rapport aux mesures 2D précédentes. En effet, la trace de la déformation plastique prédite par la mesure de la porosité par tomographie est d'un ordre de grandeur inférieure à la dilatation prédite par la corrélation d'image 3D. Une première raison avancée pour ce constat est que les différentes opérations de traitement d'images (pour débruiter les images tomographiques) ont contribué à éliminer une partie de la porosité. Une deuxième raison (qui est certainement la raison majeure et sous entendue par la première), est que la résolution des images tomographiques ( $1.4 \mu\text{m}$  pour 1 voxel) n'est pas suffisante pour mesurer la porosité effective du matériau. La porosité mesurée par tomographie ne peut pas directement être utilisée comme variable d'endommagement du matériau. Par ailleurs la comparaison des mesures 2D et 3D mettent en évidence que la majorité des vides qui se sont créés par germination n'évoluent pas et restent en dessous du seuil de détection en tomographie qui a été fixé à 27 voxels. Ce constat est d'autant plus étonnant que les mesures ont été effectuées dans la région de l'entaille où la triaxialité est plus grande que 0.33.

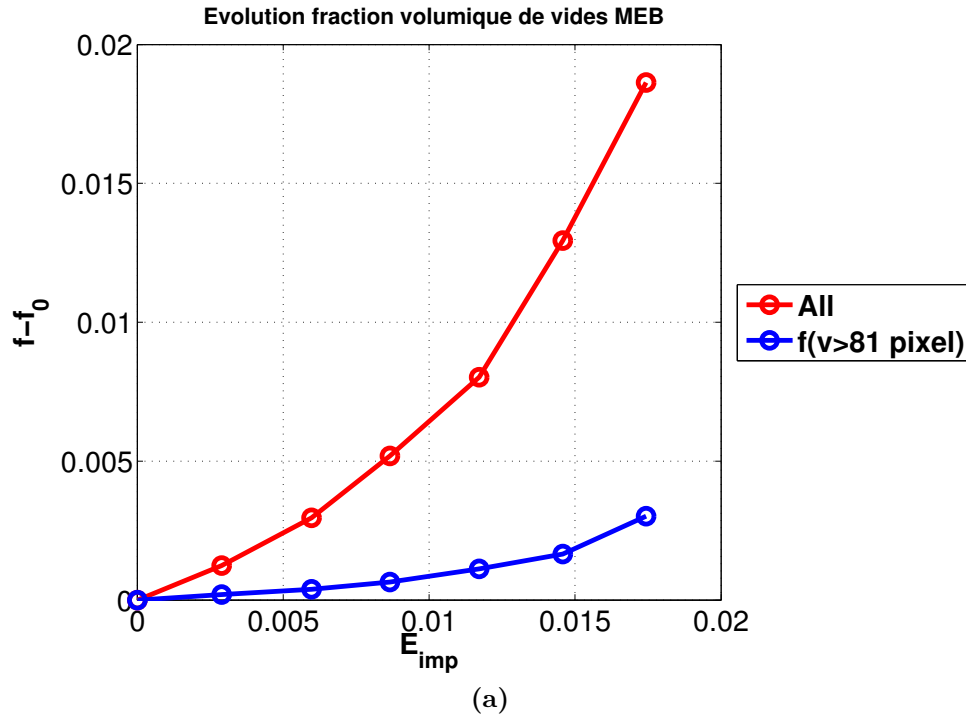


**Figure III.21** – Région d'intérêt choisie pour la caractérisation 3D de l'endommagement



**Figure III.22** – Évolution de l'endommagement 3D lors de la traction *in situ* à l'ESRF : (a) représente l'évolution théorique de la trace de la déformation plastique cumulée calculée à partir de la porosité mesurée en fonction de la déformation équivalente mesurée (b) l'évolution de la trace de la déformation mesurée en fonction de la déformation équivalente mesurée et (c) représente l'évolution de la déformation plastique cumulée calculée à partir de la porosité mesurée en fonction de la trace de la déformation mesurée

A partir des mesures de la porosité surfacique effectuées à l'aide des images MEB, nous pouvons classer les vides en deux groupes : ceux qui sont susceptibles d'être vus en tomographie et ceux qui ne peuvent pas être vus en tomographie. Pour qu'un vide soit visible en tomographie il doit avoir un volume minimum de 27 voxels, s'il est ramené à un cube il doit avoir une section minimale de 9 pixels (1 voxel  $1.4 \times 1.4 \times 1.4 \mu\text{m}^3$ ). En arrondissant, la longueur d'un pixel-tomo vaut à peu près 3 pixels-MEB (1 pixel-MEB =  $0.585 \times 0.585 \mu\text{m}^2$ ). La surface initiale de 9 pixels en tomographie équivaut à peu près à une surface de 81 pixels en imagerie 2D. La figure III.23 représente la fraction surfacique de vides totale et la fraction surfacique des vides dont les surfaces sont supérieures à 81 pixels-MEB. On peut remarquer que la fraction surfacique des vides dont la surface est supérieure à 81 pixels-MEB est plus petite d'un ordre de grandeur (facteur 10) que la fraction surfacique totale mesurée, ce qui est analogue aux mesures de tomographie.



**Figure III.23** – Évolution de la fraction volumique de vides en fonction de la déformation macroscopique imposée : (All) représente la fraction volumique totale dans la région d'intérêt  $f(v > 81 \text{ pixels})$  représente la fraction volumique des cavités dont le volume fait plus 81 pixels 1 pixel =  $0.585 \times 0.585 \mu\text{m}^2$

Pour résumer, quel que soit le type d'image (image tomographique, images MEB ) la corrélation d'images numérique rend bien compte de l'endommagement à travers la mesure de la dilatation. L'observation à l'échelle du micromètre (tomographie ) et en dessous (microscopie électronique à balayage ) a mis en évidence l'existence de deux populations de cavités.

Ces nouvelles observations nous permettent de revenir sur ce qui avait été dit dans la partie II.25 et de compléter les conclusions. A l'aide de l'algorithme de suivi d'objets, appliqué aux images tomographiques, nous avons remarqué que l'endommagement évoluait essentiellement par germination puis par coalescence de ces nouvelles cavités. Au vu des observations 2D par microscopie électronique à balayage, le terme germination initialement employé doit être revu. En effet les cavités nouvellement apparues dans les images tomographiques sont en réalité des cavités en phase de croissance. A travers les images MEB on peut observer que les cavités germinées sont très proches les unes des autres ce qui explique la coalescence systématique des cavités observées en tomographie. Pour la suite de nos travaux, en vue de la modélisation de l'endommagement, nous ferons la distinction suivante :

- $f_g = 1 - \exp(-E_{p_{kk_e}})$  la porosité mesurée par tomographie (cavités en phase de croissance)
- $f_t = 1 - \exp(-E_{kk})$  la porosité totale mesurée par corrélation d'images
- $f_n = f_t - f_g$  la porosité due à la germination de vides

Au vu des observations que nous avons réalisées grâce à l'algorithme de suivi d'objets, sur l'évolution des cavités au cours du chargement, le terme croissance utilisé pour la porosité mesurée par tomographie est une extension grossière. En effet nous avons remarqué que l'endommagement se propageait essentiellement par coalescence des petites cavités qui venaient de dépasser le seuil de détection en tomographie. Utiliser le terme croissance pour l'ensemble de la porosité consiste à modéliser l'endommagement comme étant l'évolution d'une cavité individuelle dans une matrice incompressible. Cette approche est bien sûr approximative mais reste néanmoins la base des modèles d'endommagement utilisant une approche micromécanique du problème. Ces modèles sont décrits dans la section suivante.

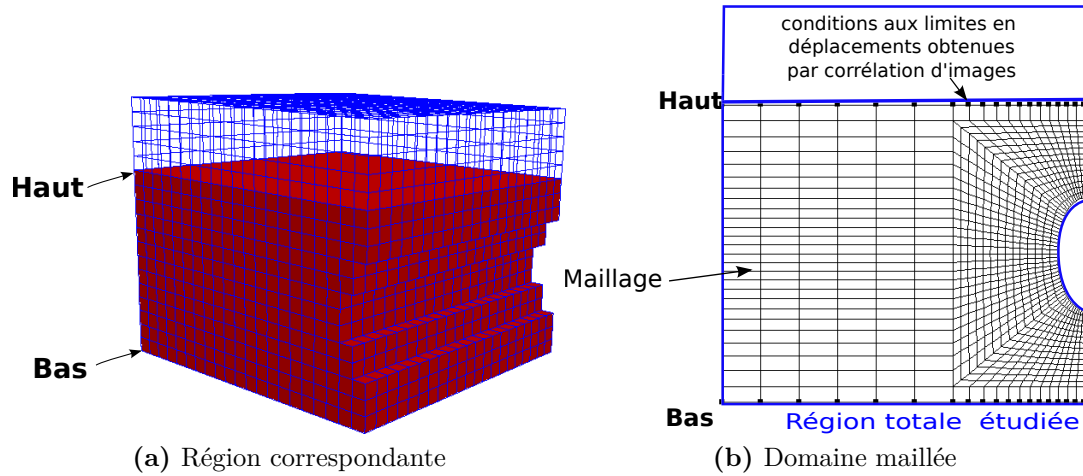
## 5 Modélisation de l'endommagement

### 5.1 Introduction

L'étude de l'endommagement sert principalement à garantir l'intégrité des structures lors de leur service. Il s'agit de pouvoir prédire la ruine des structures en se basant sur des modèles phénoménologiques de la mécanique des milieux continus. L'endommagement est associé à l'apparition de défauts (cavités, fissures, ...) lors de la déformation du matériau. L'apparition de ces défauts conduit progressivement et irréversiblement à une perte de rigidité de la structure qui finit par céder en rompant. Les modes de ruines des structures sont intrinsèquement liés au matériau constitutif. Les matériaux sont ainsi classés en familles en fonction de leur mode de rupture. Deux grandes familles existent : les matériaux fragiles et les matériaux ductiles. L'étude de la rupture des matériaux fragiles a commencé beaucoup plus tôt dès les années 1920 avec les travaux de Griffith [58], alors que l'étude de l'endommagement ductile n'a commencé que dans les années 1968 avec les travaux de Rice et Tracey [126, 127]. Dans la catégorie des matériaux ductiles deux approches de l'étude de l'endommagement existent : l'approche globale et l'approche locale. L'approche globale étudie l'endommagement à l'échelle macroscopique basée sur la densité surfacique de défauts, elle a été initiée par Kachanov [81] dans les années 1958 puis reprise et étendue par Lemaitre et Chaboche [31]. L'approche locale se base sur une approche micromécanique du problème consistant à décrire explicitement l'évolution des cavités (germination, croissance, coalescence). Nous utiliserons cette dernière approche pour décrire l'endommagement de notre matériau. Pour comprendre les fondements des théories de l'approche locale, une liste non exhaustive des modèles d'endommagement est présentée dans l'annexe 3.

### 5.2 Estimation de la triaxialité dans la région de l'entaille

Les modèles d'endommagement présentés dans l'annexe 3 mettent l'accent sur la forte influence de la triaxialité sur l'évolution de l'endommagement. Afin de connaître quel est l'état de triaxialité dans notre éprouvette, notamment dans la région de l'entaille, nous avons modélisé par éléments finis l'essai de traction. L'éprouvette n'a pas été modélisée entièrement. Seulement une partie apparaissant dans la région d'intérêt des volumes de tomographie a été modélisée. La forme de l'encoche est modélisée par une demi ellipse respectant les dimensions réelles de l'encoche (voir figure III.24). Les conditions aux limites sont imposées sur les bords du maillage notés ici haut et bas. Nous imposons des conditions aux limites en déplacement issues de la corrélation d'images numériques. Le déplacement imposé sur la partie haut et bas de l'éprouvette



**Figure III.24** – Maillage de la région choisie pour la modélisation par éléments finis : *Sur les nœuds des sections Haut et Bas du maillage éléments finis, nous imposons un déplacement selon  $U_z$  constant et égale à la moyenne des déplacements mesurés par corrélation d'images sur les sections Haut Bas de la région correspondante.*

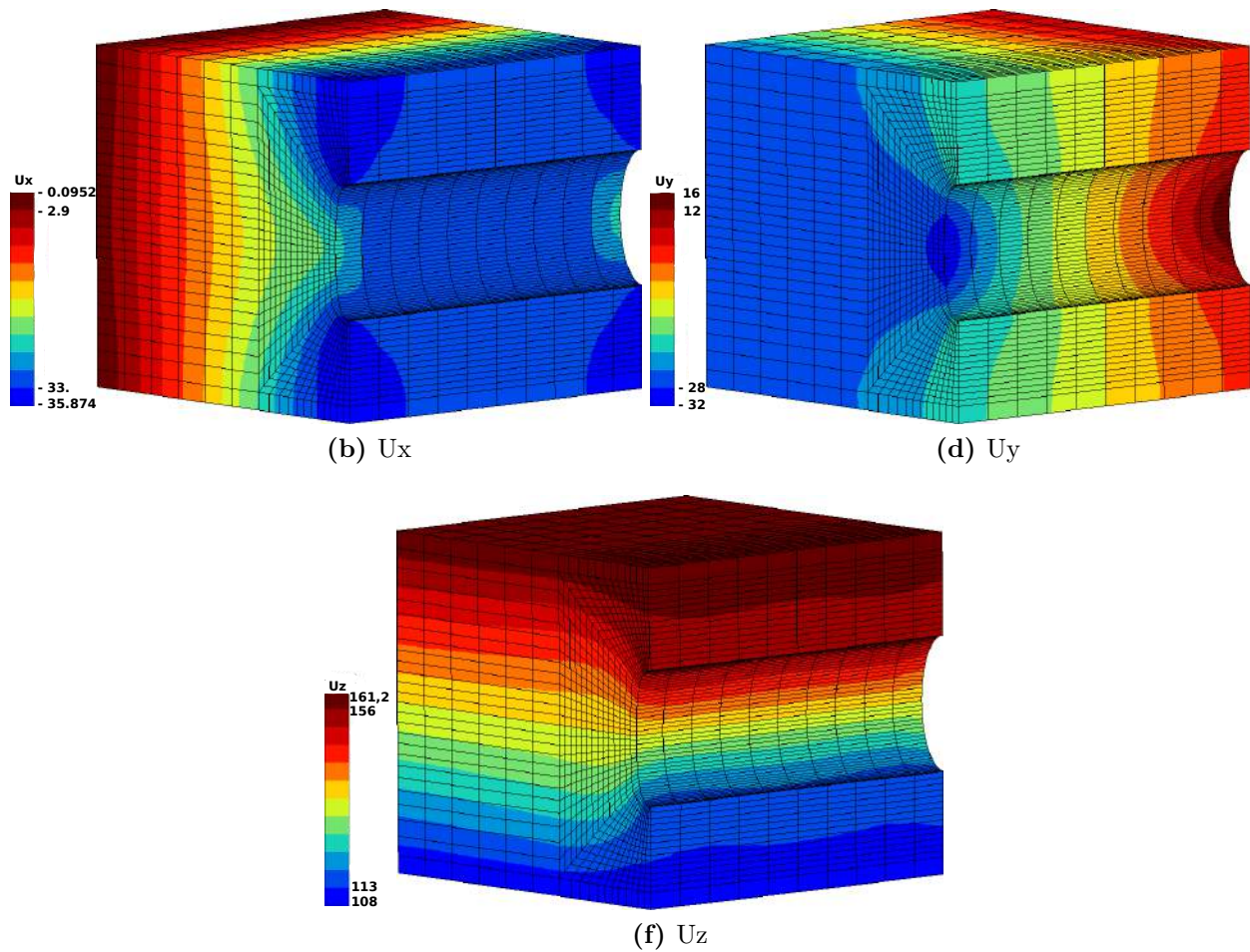
maillée est la moyenne des champs de déplacements selon l'axe vertical  $U_z$  mesurés par corrélation d'images sur les sections correspondantes. Le matériau obéit à une loi de Voce identifiée à partir des essais de traction . Les paramètres sont rappelés dans le tableau IV.1.

L'endommagement est pris en compte de façon approximative (macroscopique) par la loi de comportement déterminée expérimentalement en traction uniaxiale. En effet, à ce stade, nous n'avons pas introduit de modélisation micromécanique de l'endommagement. Les valeurs de la triaxialité des contraintes seront donc considérées comme une indication.

Paramètres	Traction
$\sigma_0$ (Mpa)	110
$Q = (\sigma_u - \sigma_0)$ (Mpa)	62.1
$b$	28.5
$\alpha$ (Mpa)	123.8
$E$ (Gpa)	83 Gpa
$\nu$	0.3

**Tableau III.1** – Paramètres de Voce identifiés à partir des essais de traction sur éprouvette traitée thermiquement

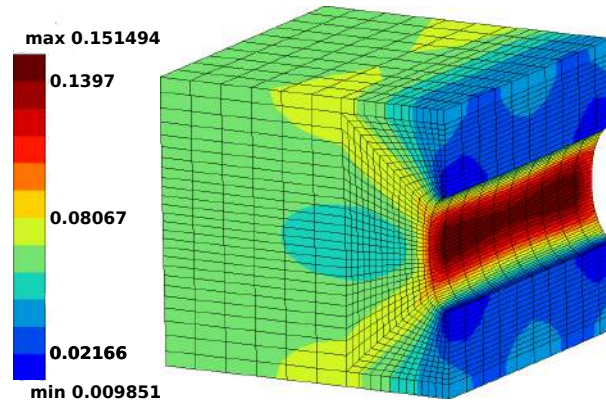
Aucun déplacement en  $U_x$  et  $U_y$  n'est imposé sur les deux bords. La figure III.25 représente les champs de déplacement obtenus au dernier état de chargement juste avant la rupture de l'éprouvette.



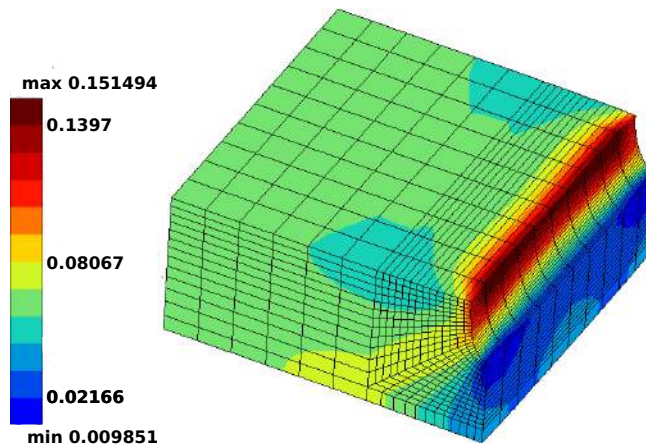
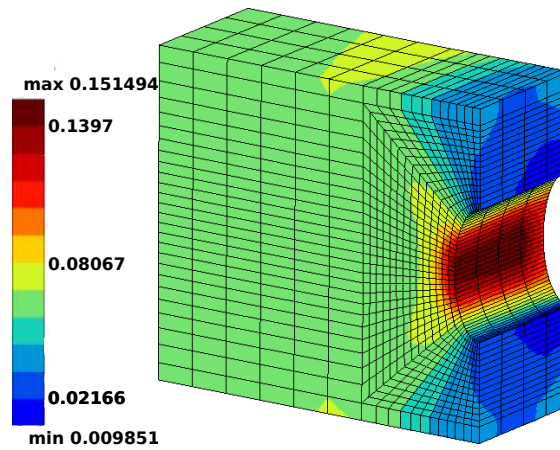
**Figure III.25** – Champs de déplacement obtenu par modélisation par éléments finis au dernier état de chargement

La figure [III.26](#) représente les champs de déformation pour différentes coupes de la région modélisée. On voit que la déformation se localise à  $45^\circ$  à la surface de l'éprouvette et reste concentrée en fond d'entaille à cœur (résultat classique des éprouvettes entaillées). La figure [III.27](#) montre le champs de triaxialité obtenue.





(b)



(f)

**Figure III.26** – Champs déformation équivalente obtenu par éléments finis dans la région de l'entaille

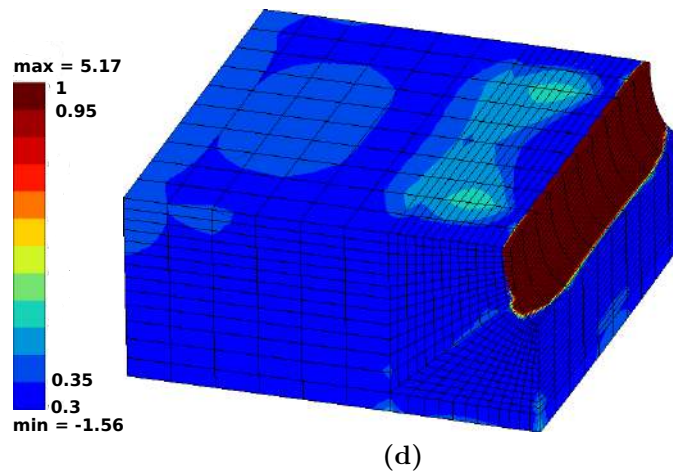
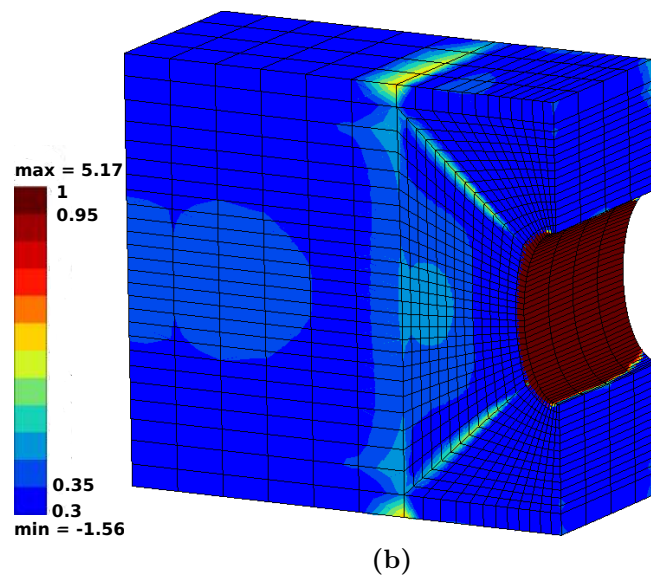
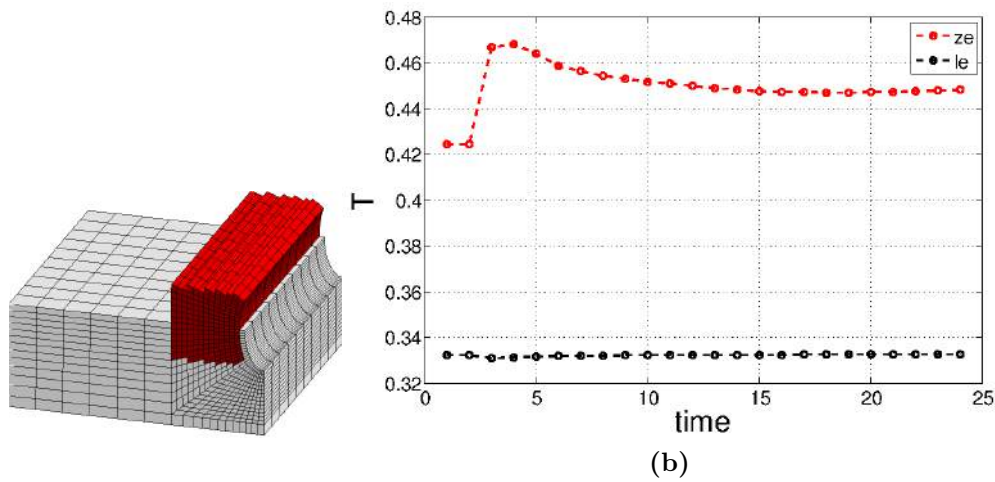


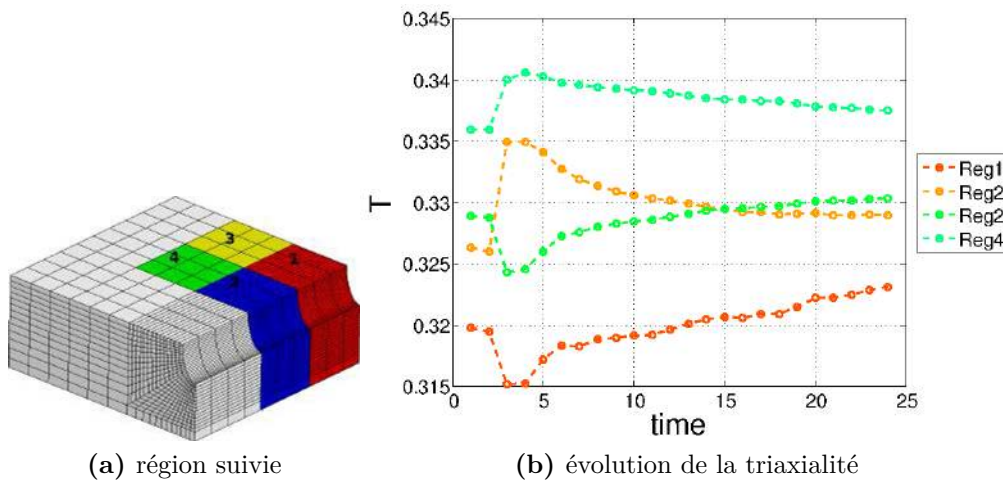
Figure III.27 – Champs de triaxialité des contraintes

### III.5 Modélisation de l'endommagement

Le but de la modélisation par éléments finis de l'éprouvette est de pouvoir connaître l'état de triaxialité dans la région dans laquelle nous mesurons la porosité en tomographie. Plusieurs régions ont été découpées et une moyenne volumique de la triaxialité est réalisée pour chaque région. La figure III.28 et III.29 représente l'évolution de la moyenne des champs de triaxialité en fonction du temps pour différentes régions. On constate que la triaxialité n'évolue presque pas et vaut 0.45 en fond d'entaille et 0.33 partout ailleurs.



**Figure III.28** – Évolution de la triaxialité au cours du temps : (a) régions suivies au cours du temps (b) évolution de la triaxialité moyenne dans la région considérée



**Figure III.29** – Évolution de la triaxialité au cours du temps : (a) régions suivies au cours du temps (b) évolution de la triaxialité moyenne dans la région considérée

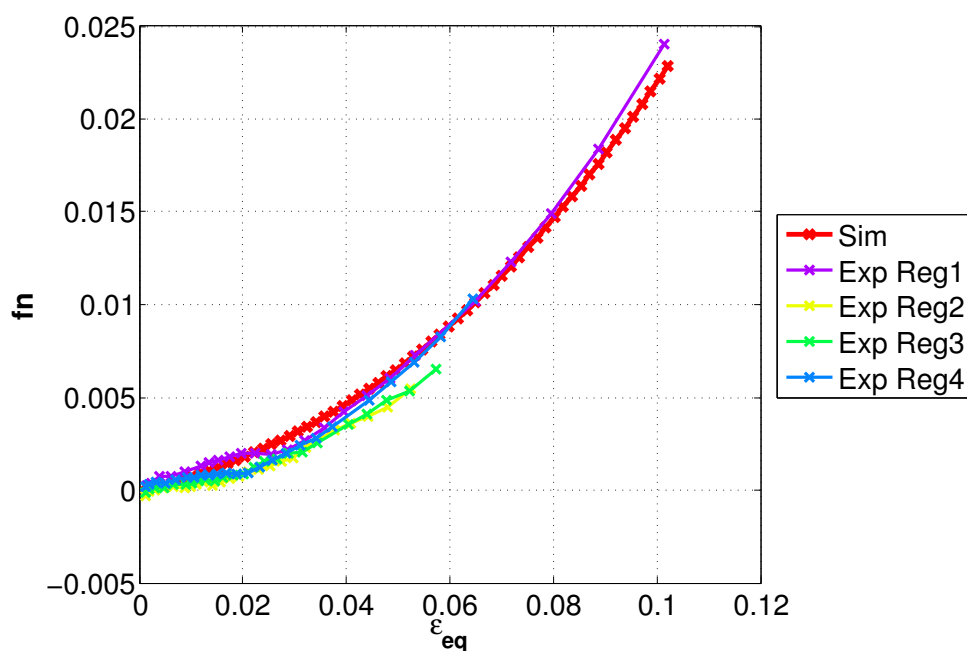
### 5.3 Identification des paramètres du modèle GTN

Le modèle GTN a été choisi pour modéliser l'endommagement du matériau. Le logiciel de calcul éléments finis Zebulon a été utilisé. Nous voulons dans cette partie identifier les paramètres du modèle pour décrire le comportement du matériau. Les lois d'évolution de la porosité obtenues par la tomographie sont ici utilisées comme paramètres d'entrée.

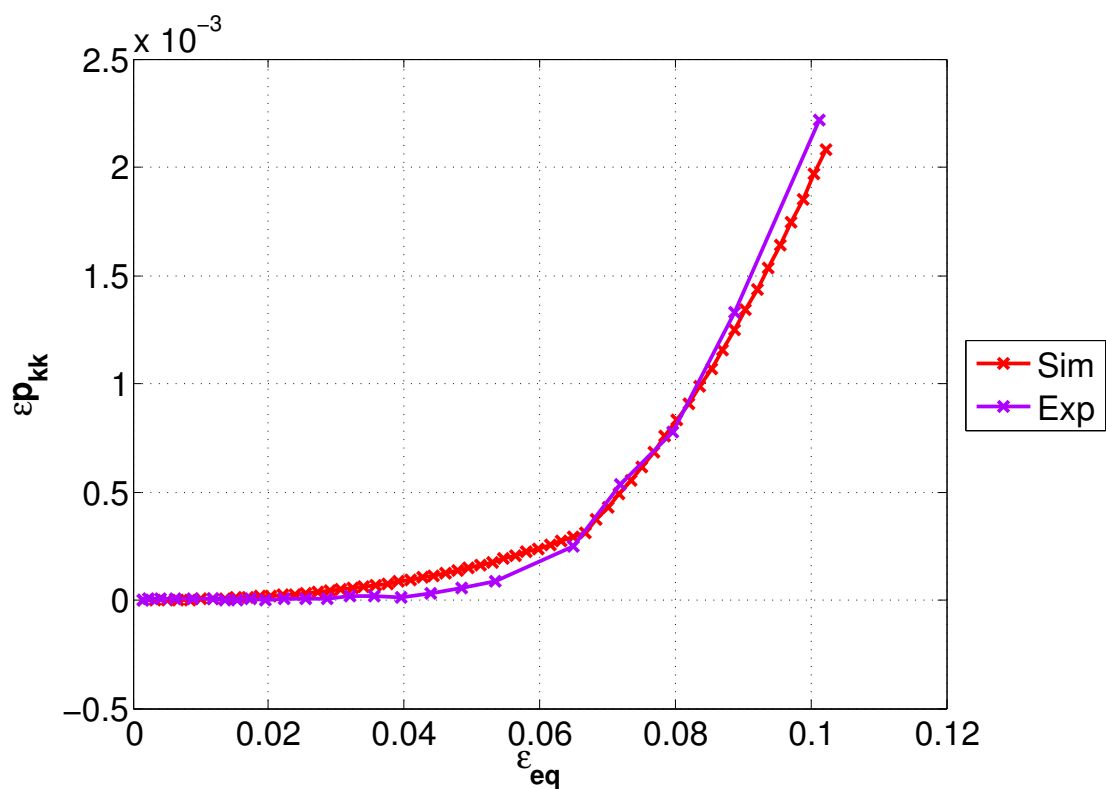
Les paramètres de germination et de croissance de cavités sont donc introduits comme ils ont été définis dans la partie 4.2. La procédure choisie consiste à utiliser une cellule cubique unitaire obéissant à la loi GTN. Cette cellule unitaire est soumise à un essai de traction simple, les paramètres du modèle sont alors choisis pour que le modèle éléments finis soit le plus proche possible du comportement expérimental.

La loi de germination de type exponentielle de Needleman a été choisie, et les paramètres ont été fixés de telle sorte qu'elle soit le plus proche possible de la loi expérimentale. La figure III.30 montre la comparaison des lois de germination mesurée et simulée. Plusieurs régions de mesure (avec un grand volume) ont été choisies dans l'éprouvette pour être sûr que la loi de germination soit représentative.

La loi de croissance est la fraction volumique des cavités mesurée par tomographie. Il est important de noter que cette porosité a été mesurée dans la région de l'entaille, et il a été montré par les simulations éléments finis de l'éprouvette que la triaxialité dans cette région vaut 0.45. Alors que la triaxialité dans l'essai de traction simulé sur la cellule unitaire vaut seulement 0.33. Ainsi, pour prendre en compte la triaxialité plus élevée dans la région de l'entaille, on joue sur la valeur de  $q_2$  qui a été fixée à 1.4. Le dernier paramètre à fixer est  $q_1$ . Sa valeur est choisie de façon à ce que la loi de croissance simulée se superpose parfaitement à la loi de croissance expérimentale obtenue par tomographie. La figure III.31 montre l'évolution de la loi de croissance simulée et expérimentale. Le paramètre  $q_1$  a été fixé 0.68.



**Figure III.30** — Evolution de la fraction volumique de vides nucléés mesurée et simulée en fonction de la déformation imposée



**Figure III.31** — Evolution de la loi de croissance mesurée et simulée en fonction de la déformation imposée

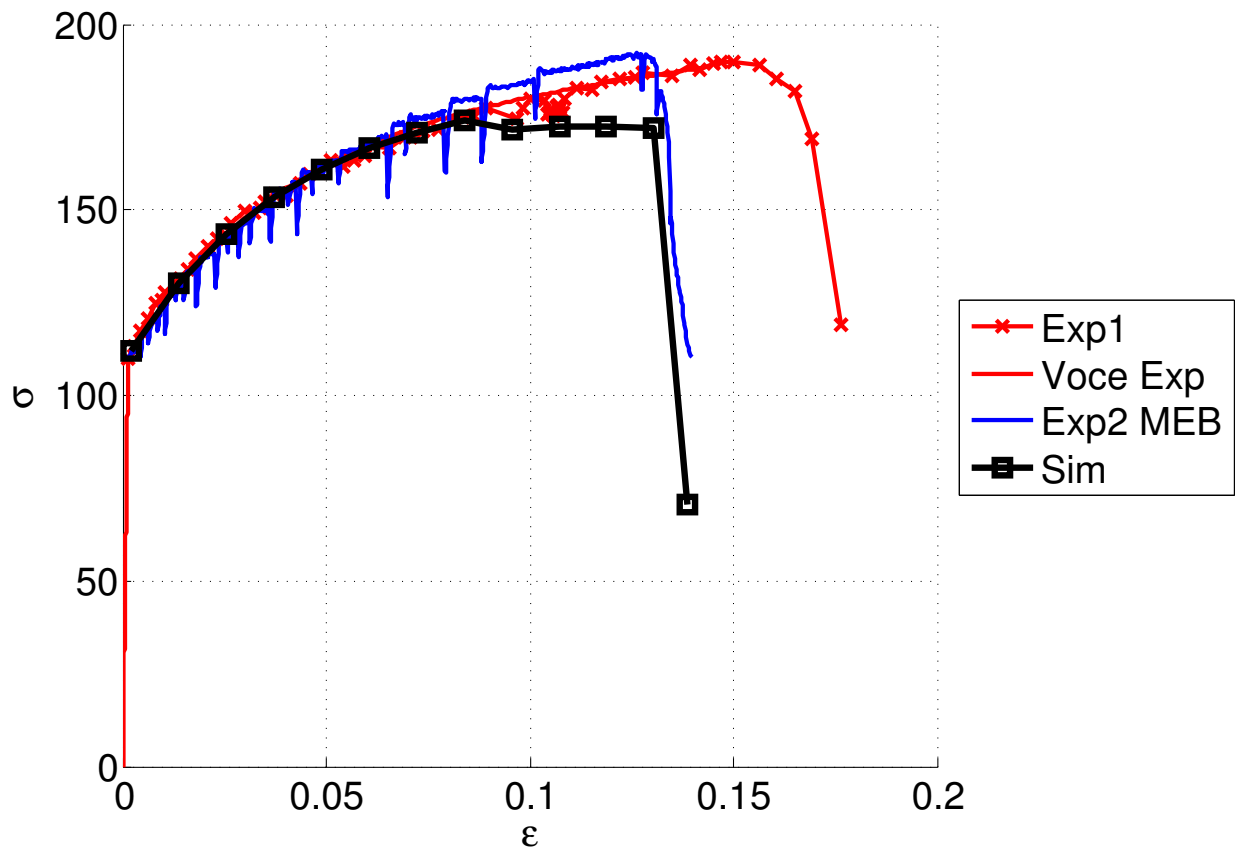
### Chapitre III. MECANISMES DE DEFORMATION ET MODELISATION NUMERIQUE DE L'ENDOMMAGEMENT

---

Une fois la loi de croissance identifiée, le paramètre  $q_2$  est ramené à 1. Dans une dernière étape on compare l'essai de traction simulé avec les essais de traction macroscopiques réalisés en laboratoire dans la figure III.32. La courbe de traction simulée se rapproche assez bien de la courbe expérimentale (MEB). Des différences sont cependant observables. Lorsque l'endommagement devient important (à partir de 9% de déformation imposée) un écart apparaît entre la courbe expérimentale et simulée. Cet écart est dû au début de la phase de croissance (simulation) qui provoque un adoucissement du matériau.

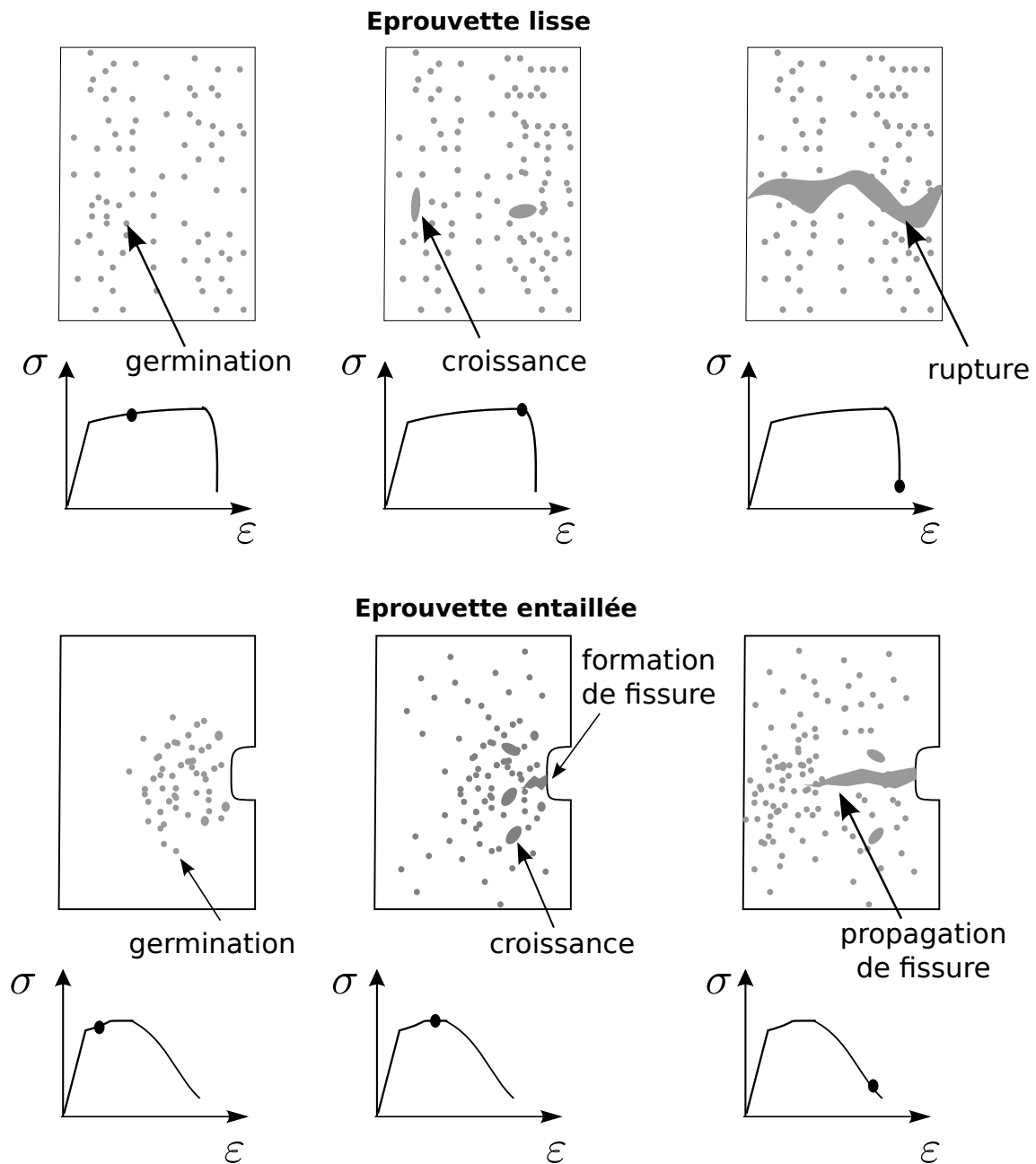
Dans tous les essais de traction sur éprouvettes lisses, aucun adoucissement n'est observé. Comme nous l'avons décrit dans le chapitre 1, la rupture de l'éprouvette survient brutalement après un comportement élasto-plastique avec écrouissage. Pour les éprouvettes entaillées le mécanisme de rupture est différent, comme nous l'avons décrit dans le chapitre 2 une fissure stable se crée systématiquement en fond d'entaille et se propage progressivement jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Ces observations mettent en évidence l'effet de la localisation des déformations et de la triaxialité sur la croissance-coalescence des cavités (Tinet et al. [149]). On peut aussi observer un effet de taille de l'éprouvette. En effet quand la section de l'éprouvette est plus importante (courbe Exp1) on peut voir que la déformation à rupture augmente. Besson et al. [9] ont fait les mêmes observations sur d'autres alliages d'aluminium coulés. Ces observations mettent en exergue l'importance du choix judicieux de la taille de l'éprouvette vis à vis de la loi d'endommagement que l'on souhaite identifier. Des études basées sur des moyens de mesures locales sont de ce fait à privilégier.

Les déformations locales dans les éprouvettes lisses n'atteignent jamais les niveaux des déformations en fond d'entaille dans le cas des éprouvettes entaillées. La germination de cavités (rupture décohésion des particules de seconde phase) reste donc prépondérante sans pour autant que ces dernières ne croissent. Le matériau en se déformant devient donc progressivement poreux. Cette porosité se créant au sein du matériau est responsable de la rupture brutale de l'éprouvette en fin d'essai. En effet, en fin d'essai, quand une fissure se crée, elle se propage de manière instable à cause de la porosité très importante. La croissance-coalescence des cavités observées dans les éprouvettes entaillées n'a pas lieu dans les éprouvettes lisses ou, du moins elle a lieu de manière quasi instable conduisant instantanément à la ruine de l'éprouvette (voir figure III.33). Ce phénomène explique la différence de comportement entre la courbe de traction simulée et la courbe expérimentale.



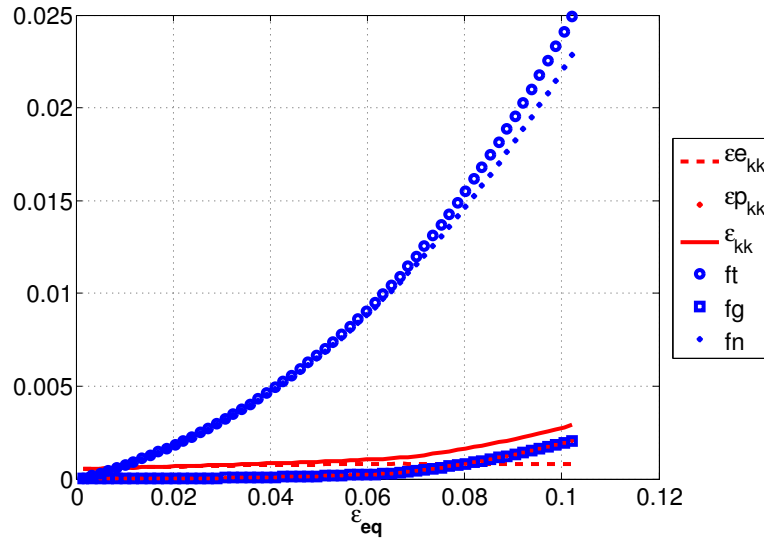
**Figure III.32** — Courbe contrainte déformation simulée à partir des paramètres identifiés et courbes de traction expérimentales : (*Sim*) est la courbe obtenue par simulation numérique (*Exp1*) est la courbe expérimentale obtenue à partir d'un essai de traction sur une éprouvette lisse ayant pour section  $3 \times 3 \text{ mm}$  (*Exp2 MEB*) la courbe expérimentale obtenue à partir d'un essai de traction dans le MEB sur une éprouvette lisse de section  $3 \times 1 \text{ mm}$





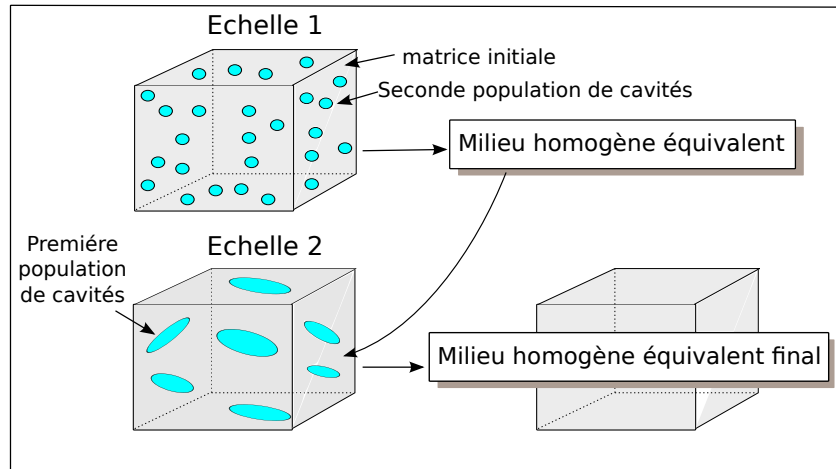
**Figure III.33** — Schématisation des mécanismes d'endommagement dans une éprouvette lisse et entaillée

La figure III.34 montre sur le même graphique l'évolution simulée de l'endommagement ( $f_g$ ,  $f_n$ ,  $f_t$ ), la dilatation totale du matériau  $\varepsilon_{kk}$ , la dilatation due à la déformation élastique  $\varepsilon_{kk_e}$  et la dilatation due à la déformation plastique  $\varepsilon_{kk_p}$ . On peut ainsi voir que le modèle GTN suppose que la dilatation du matériau est principalement contrôlée par la croissance des cavités ( $f_g \simeq \varepsilon_{kk_p}^p$ ). La dilatation due à la germination des cavités n'est pas prise en compte.



**Figure III.34** – Relation entre déformation et endommagement simulé par le modèle GTN

Il apparaît ici une grande contradiction entre le comportement réel du matériau et le modèle de GTN. Etant donné que la loi de comportement du matériau est celle identifiée à partir l'essai de traction, tant que le chargement est monotone on peut très bien décrire le comportement du matériau. Cependant la modélisation devient fausse dès lors que notre cellule élémentaire est sollicitée en compression. En effet, dans le chapitre 1, à l'aide d'essai de traction et compression macroscopique nous avons montré que le comportement du matériau était différent selon le mode de sollicitation. Ainsi le matériau était bien plus résistant en compression qu'en traction. Bien qu'on endommage massivement le matériau en compression, comme l'ont prouvé Guillermo et al [4], cet endommagement est plus critique en traction (fermeture des cavités en compression et ouverture en traction). L'utilisation du modèle GTN pour décrire l'endommagement du matériau comporte donc une démarche d'homogénéisation implicite à plusieurs échelles dont, le principe est expliqué dans la figure III.35. Ainsi le comportement du premier milieu homogène est celui identifié à partir des essais de traction macroscopiques réalisés sur éprouvettes lisses. Le comportement du milieu homogène final est obtenu en introduisant une loi de croissance qui est obtenue grâce aux mesures expérimentales.



**Figure III.35** – Principe de l'homogénéisation multiéchelle du modèle GTN

Pour être indépendant du type de sollicitation il faudrait que le modèle d'endommagement puisse prendre en compte les deux populations de cavités. On pourrait dans ce cas utiliser une loi de comportement générale pour le matériau. Des modèles ont été récemment développés et sont discutés dans la section suivante.

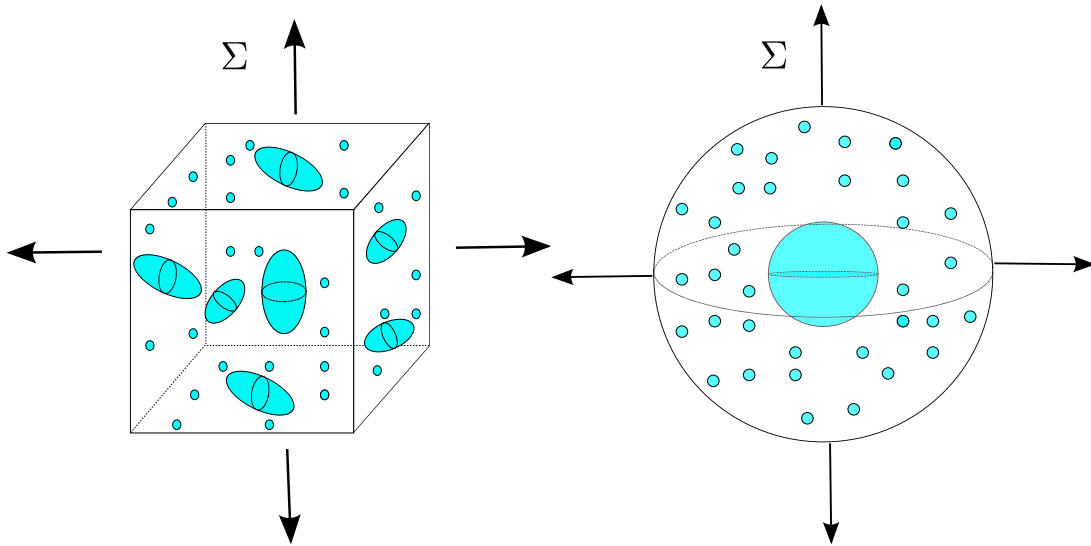
Paramètres	Traction
$f_{n0}$	0.11
$S_N$	0.08
$\varepsilon_{n0}$	0.16
$q_1$	0.68
$q_2$	1.
$f_c$	0.00222

**Tableau III.2** – Récapitulatif des paramètres du modèle GTN identifiés

## 5.4 Modèles pour décrire l'endommagement de matériaux ductiles à deux populations de cavités

Les précédentes études sur l'endommagement de l'alliage AlSi12Ni ont montré l'existence de deux populations de cavités. En effet, il existe plusieurs petites cavités (seconde population) dont la taille caractéristique est de l'ordre du micromètre et en dessous. Ces cavités ne sont pas détectables en tomographie et seulement les cavités en phase de croissance (première population) le deviennent au cours de la déformation. L'existence de ces deux types de cavités pose un problème au modèle d'endommagement classique de Gurson. En effet le modèle de Gurson,

basé sur une théorie d'homogénéisation, suppose que tous les vides dans un volume représentatif évoluent lors de la déformation. Les études expérimentales que nous avons réalisées au MEB montrent clairement qu'il existe une population de cavités qui n'évoluent pas au cours de la déformation (leur nombre augmente mais ils restent petits), ou du moins pas assez pour parler de croissance. Ce mode d'endommagement n'est pas inédit et des études [9, 100, 118] récentes prouvent l'existence de ces deux populations dans d'autres matériaux. Relativement peu d'études se sont intéressées à la modélisation de ce type d'endommagement. On peut citer les travaux de Fabregue et al. [46] qui étudient l'influence de la seconde population de cavités sur la ductilité en modélisant une sphère creuse évoluant dans une matrice obéissant au modèle de Gurson. Ils trouvent que, plus la fraction volumique de la seconde population est élevée, moins le matériau est ductile. D'autres auteurs [47] ont explicitement inclus une seconde population de cavités dans la matrice contenant une sphère creuse plus grande. Ils trouvent que les secondes populations de cavités sont à l'origine des bandes de localisation de la déformation. Perrin et Leblond [120], Vincent et al. [155–157], Julien et al. [79], ont développé des modèles d'endommagement pour des matériaux contenant deux populations de cavités (voir figure III.36) à l'échelle microscopique et mésoscopique.



**Figure III.36** – Modèle du matériau à deux populations de vides

Nous choisissons de discuter ici les modèles de Ponte Castañeda [30] et celui de Michel et Suquet [107] reprises par Shen et al. [138] et présentés respectivement dans les équations (III.45) (III.46). Ces modèles sont basés sur une approche de type Gurson (principe variationnel en choisissant un champ de vitesse optimum, voir figure III.36) et dépendent de la fraction

### Chapitre III. MECANISMES DE DEFORMATION ET MODELISATION NUMERIQUE DE L'ENDOMMAGEMENT

---

volumique de la seconde population de vides à l'échelle microscopique. Les fractions volumiques des cavités à l'échelle microscopique et mésoscopique sont notées respectivement  $f_b$  et  $f_e$ .

$$\Phi_P(\boldsymbol{\sigma}) = \frac{1 + \frac{2}{3}f_b}{(1 - f_b)^2} \frac{\Sigma_{eq}^2}{\sigma_0^2} + \frac{9f_b}{4(1 - f_b)^2} \frac{\Sigma_m^2}{\sigma_0^2} + 2f_e ch \left( \frac{3}{2} \sqrt{\frac{1 + \frac{2}{3}f_b}{(1 - f_b)^2} \frac{\Sigma_H}{\sigma_0}} \right) - 1 - f_e^2 = 0 \quad (\text{III.45})$$

$$\Phi_S(\boldsymbol{\sigma}) = \frac{1 + \frac{2}{3}f_b}{(1 - f_b)^2} \frac{\Sigma_{eq}^2}{\sigma_0^2} + \frac{9 \left( \frac{1-f_b}{\ln f_b} \right)}{4(1 - f_b)^2} \frac{\Sigma_m^2}{\sigma_0^2} + 2f_e ch \left( \frac{3}{2} \sqrt{\frac{1 + \frac{2}{3}f_b}{(1 - f_b)^2} \frac{\Sigma_H}{\sigma_0}} \right) - 1 - f_e^2 = 0 \quad (\text{III.46})$$

Les lois d'évolution des paramètres internes  $f_e$  et  $f_b$  peuvent être obtenues par la méthode sécante à N phases appliquée à un composite linéaire [154]. Ainsi on note  $w_b$  le volume occupé par la seconde population de cavités (cavités à l'échelle microscopique),  $w_e$  le volume occupé par la première population de cavités et  $V$  le volume total de la région d'intérêt. On pose :

$$f_{ba} = \frac{w_b}{V} = \frac{w_b}{V - w_e} \frac{V - w_e}{V} = f_b(1 - f_e) \quad (\text{III.47})$$

où  $f_{ba}$  est la fraction volumique absolue de la seconde population de cavités. La porosité totale étant  $f_e + f_{ba}$  et en considérant la matrice incompressible on peut écrire :

$$\dot{f}_e + \dot{f}_{ba} = (1 - f_e - f_{ba}) \text{Trace}(\dot{\epsilon}^p) \quad (\text{III.48})$$

De plus la dérivée de l'équation (III.47) nous donne :

$$\dot{f}_{ba} = \dot{f}_b(1 - f_e) - f_b \dot{f}_e \quad (\text{III.49})$$

A l'aide des équations (III.49) et (III.48) on peut obtenir (en négligeant  $\dot{f}_b f_e$  et  $\dot{f}_e f_b$ ) :

$$\frac{\dot{f}_b}{(1 - f_b)(1 - f_e)} + \frac{\dot{f}_e}{(1 - f_b)(1 - f_e)} = \text{Trace}(\dot{\epsilon}^p) \quad (\text{III.50})$$

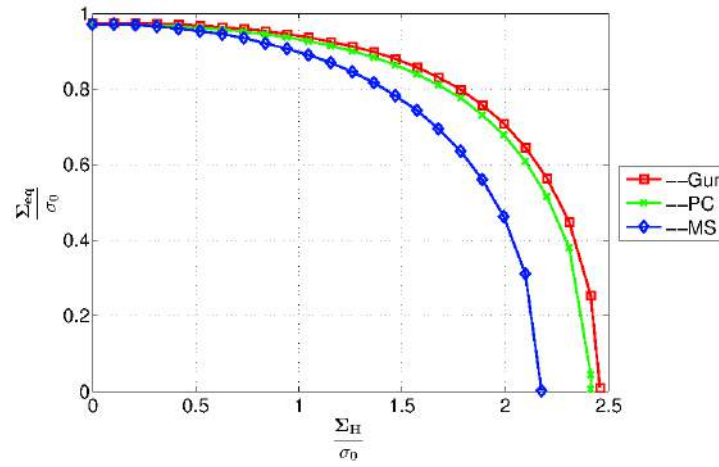
On obtient ainsi une dépendance de  $\text{Trace}(\dot{\epsilon}^p)$  par rapport à la fraction volumique des deux populations de cavités à différentes échelles. Comme dans le modèle GTN une loi de germination continue de cavités peut être introduite. En considérant que les cavités à l'échelle microscopique sont des cavités germinées qui n'évoluent pas ou peu au cours de la déformation on peut écrire :

$$\dot{f}_b = A \dot{\epsilon}_{eq}^p \quad (\text{III.51})$$

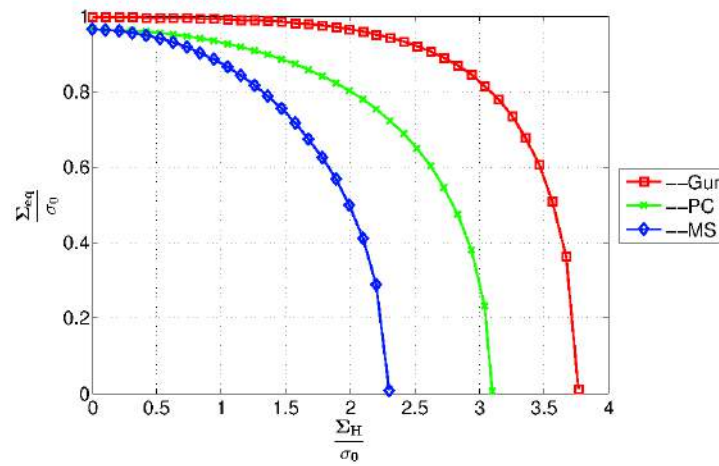
où  $A$  est défini comme dans l'équation (14). On peut ainsi inclure une loi de germination continue, identifiée à partir de la corrélation d'images (moyen très robuste de caractérisation de l'endommagement). En procédant ainsi une loi de comportement unique déterminée à partir d'un essai de compression, peut être utilisée pour le matériau. En effet on considérera que la loi de comportement identifiée à partir de l'essai de compression sera la plus proche possible du comportement du matériau sain. Bien évidemment, comme nous l'avons montré dans le chapitre 1 3.5, cela est une approximation comportant des limites.

Par ailleurs les fonctions de charge des modèles de Gurson (Gur), Ponte Castaneda (PC) et Michel et Suquet (MS) sont représentées dans la figure III.37 pour différentes valeurs de  $f_e$  et  $f_b$ . Dans le modèle de Gurson,  $f$  est remplacée par  $f_e$ . On remarquera que, si on prend  $f_b = 0$ , les modèles MS et PC sont égaux à Gur. En effet, comme dans Gur, la forme des critères PC et MS conditionne l'évolution de la triaxialité avec le taux de croissance des cavités (cavités à l'échelle mesoscopique) de manière exponentielle. La porosité à l'échelle inférieure (échelle microscopique) est conditionnée avec le carré de la triaxialité et le rapport de la contrainte équivalente sur la contrainte d'écoulement. On prend ainsi en compte l'adoucissement du matériau en fonction de l'augmentation de la porosité à l'échelle microscopique.

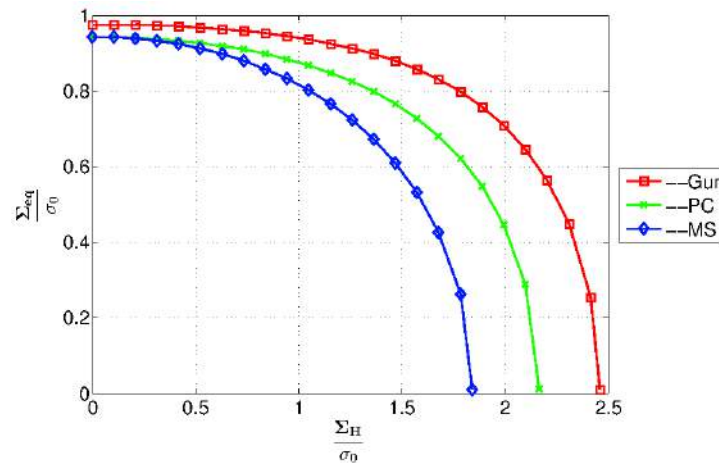
Dans la figure III.37 (a) on peut voir que, si on prend  $f_b$  plus petit que  $f_e$  et pour des triaxialités de l'ordre de 0.45, les fonctions de charge des trois modèles sont équivalentes. Cependant quand  $f_b$  est plus grande et  $f_e$  relativement petite (figure III.37 (b)), on observe que les fonctions de charge des modèles MS et PC sont différentes du modèle de Gurson. Pour des triaxialités de l'ordre 0.33 et  $f_b = f_e = 0.025$  (voir figure III.37 (c)), les modèles MS et PC prévoient une chute 7% de la surface de la fonction de charge. Par ailleurs, le facteur de forme de la fonction de charge est prépondérant vis-à-vis de la quantité de l'écoulement plastique. Quant à l'utilisation des modèles PC et MS pour décrire le comportement de notre matériau une implémentation numérique complète est requise. Comme on peut l'observer dans la figure III.37 les modèles PC et MS sont à *a priori* équivalents pour des triaxialités faibles (inférieures à 0.5).



(a)  $f_b=0.00035$   $f_e=0.025$



(b)  $f_b=0.025$   $f_e=0.0035$



(c)  $f_b=f_e=0.025$

**Figure III.37** – Comparaison des fonctions de charge des modèles MS GUR et PC



## 6 Conclusion

Les mécanismes de déformation à l'échelle microscopique ont été étudiés en utilisant la technique de la corrélation d'images numériques appliquée à des essais *in situ* réalisés dans le MEB. Il a été observé que la microstructure locale jouait un rôle prépondérant sur les mécanismes de localisation de la déformation. En effet, les champs de déformation équivalente superposés à la microstructure montrent que des régions contenant une concentration élevée de particules intermétalliques (régions où les particules sont le plus proches) se déformaient très peu. La déformation se localise dans les régions contenant très peu ou pas de particules intermétalliques, c'est à dire dans les régions contenant principalement de l'aluminium (ainsi que des précipités) et des particules de silicium. Cette localisation de la déformation contrôle les mécanismes d'endommagement qui se traduisent par une décohésion de l'interface aluminium-silicium. La décohésion de l'interface donne naissance à plusieurs petites cavités qui correspondent au début de l'endommagement. Les mécanismes de déformation ainsi observés expliquent les mécanismes d'initiation de l'endommagement, détaillés dans le chapitre 2. Par ailleurs l'endommagement du matériau a été caractérisé. Grâce à la corrélation des observations au MEB et en tomographie, l'existence de deux populations de cavités a été montrée. En effet, il existe une seconde population de cavités très petites et nombreuses qui sont responsables de la dilatation du matériau, mesurée par corrélation d'images numériques. Une première population de cavités, observables en tomographie, dont les mécanismes d'apparition et de propagation ont été décrits dans le chapitre 2, est elle responsable de la rupture progressive du matériau. Le modèle GTN classique a été choisi pour modéliser l'endommagement de l'alliage AlSi12Ni. Les mesures de l'endommagement issues des expériences *in situ* ont été utilisées comme paramètres d'entrée du modèle. Il a été montré que le modèle GTN permettait de bien modéliser l'endommagement du matériau tout en étant limité sur certains aspects. Car, basé sur un modèle d'homogénéisation d'un composite à 1 phase il ne permet pas la distinction entre les deux populations de cavités existantes. Deux modèles prenant en compte l'existence de deux populations de cavités sont choisis et comparés aux modèles GTN. Ils montrent l'importance de prendre en compte l'existence de la seconde population de cavités, pour modéliser l'endommagement de l'alliage AlSi12Ni.



---

---

# Chapitre IV

---

## CARACTERISATION ET MODELISATION DE LA MICROSTRUCTURE

### 1 Introduction

Dans le chapitre précédent nous avons pu montrer que les mécanismes locaux de déformation étaient fortement influencés par la répartition spatiale des particules intermétalliques. Les particules intermétalliques ont une très faible aptitude à se déformer. Elles conduisent à la localisation de la déformation dans l'aluminium ou à l'interface entre l'aluminium et les particules de silicium. Nous avons aussi pu montrer que l'initiation de l'endommagement était contrôlée par ces mécanismes de localisation de la déformation. Une caractérisation microstructurale du matériau prenant en compte la répartition spatiale des particules intermétalliques prend alors toute son importance. Le présent chapitre est consacré à l'étude micromécanique du matériau. Nous commencerons par faire un bref historique des théories d'homogénéisation aussi bien analytiques que numériques. Des calculs par éléments finis 3D à l'échelle de la microstructure seront présentés et la notion de VER définie dans le chapitre 2 sera discutée. Des algorithmes de caractérisation de la microstructure développés dans le cadre de cette thèse, seront présentés et permettront d'identifier des paramètres microstructuraux. Nous verrons alors que ces paramètres peuvent être utilisés pour modéliser la microstructure.

### 2 Influence de la répartition spatiale des particules intermétalliques

Lors des études au MEB, les résultats de corrélation d'images numérique 2D ont montré que la déformation microscopique était fortement influencée par la répartition spatiale des particules de seconde phase (principalement les particules intermétalliques). Nous voulons ici vérifier que

les mêmes mécanismes de déformation sont aussi observables en 3D. De même nous étudierons l'effet de la répartition spatiale des particules intermétalliques sur le comportement effectif élasto-plastique du matériau et par ailleurs son influence sur l'évolution de l'endommagement.

### 2.1 Modélisation éléments finis à l'échelle de la microstructure

Les images tomographiques donnent des informations en 3D de la microstructure qui peuvent être utilisées en vue d'une modélisation éléments finis de la microstructure. Les images sont d'abord segmentées selon le procédé décrit précédemment. Une fois les particules extraites, on procède au maillage de la microstructure.

#### 2.1.1 Méthodes de maillage

Nous avons utilisé les images tomographiques provenant de la ligne ID15 de l'ESRF pour l'étude par éléments finis des microstructures. Nous n'avons donc considéré que les phases intermétalliques qui représentent les hétérogénéités de la microstructure. Les intermétalliques sont noyées dans une matrice qui modélise l'aluminium avec les particules de silicium. Le maillage des particules intermétalliques à partir d'images n'est pas simple et requiert des algorithmes sophistiqués.

Pour mailler les microstructures le logiciel libre Iso2mesh [123], développé à l'université de Harvard par Fang, a été utilisé. Il s'agit d'un logiciel destiné initialement au domaine du biomédical et qui sert principalement à mailler des organes humain à géométrie complexe tel que le cerveau. Il existe beaucoup de logiciels commerciaux de maillage de structures à partir d'images binaires tel que Amira (Mercury Systems, MA, USA), Mimics (Materialise, NJ, USA) ou Simpleware (Simpleware Ltd.,UK).

Cependant, les fonctionnalités qu'ils offrent sont souvent limitées, notamment sur le contrôle de la qualité du maillage ou encore la gestion de densité de maillage sur des régions précises. Ce dernier point est crucial dans notre cas, car les particules intermétalliques ayant dans certaines zones des épaisseurs de l'ordre du voxel un maillage très fin est nécessaire sur ces zones. Mais cette densité de maillage ne peut pas être étendue à tout le volume car on aurait des fichiers de grande taille, impossible à traiter. Par ailleurs ces logiciels sont aussi des boîtes noires, seule une interface graphique permet d'accéder aux différentes fonctions de maillage. Il est impossible d'automatiser les fonctions de maillage dans le cadre où plusieurs maillages sont nécessaires.

## IV.2 Influence de la répartition spatiale des particules intermétalliques

---

Iso2mesh est en effet une bibliothèque de fonctions programmée sous Matlab permettant de réaliser des maillages 3D. Iso2mesh est particulièrement puissant pour mailler des structures très compliquées y compris des structures avec plusieurs régions ayant des surfaces irrégulières et enchevêtrées. On peut incorporer dans la bibliothèque de nouvelles fonctions et automatiser les processus de maillage développé.

### 2.1.2 Maillages

La procédure de maillage de Iso2mesh peut être divisée en deux étapes. La première étape consiste à mailler la surface de l'objet contenu dans l'image binaire fourni (des images en niveau de gris sont aussi possibles). Un maillage surfacique est alors récupéré en sortie. La deuxième étape consiste à générer un maillage 3D à partir du maillage surfacique obtenu. Optionnellement il est possible de réparer le maillage 2D en effaçant les éléments doubles ou les points isolés, ou encore vérifier la régularité de l'orientation de la normale des éléments.

Tout d'abord les isosurfaces sont extraites simplement en récupérant tous les voxels composant la surface d'une région donnée. Ensuite deux méthodes alternatives sont disponibles pour le maillage des isosurfaces à partir des images binaires :

- La première méthode est une procédure de simplification de la surface se basant sur la densité du maillage souhaitée par l'utilisateur
- La deuxième méthode consiste en l'utilisation de l'algorithme de tetrahedralisation de Delaunay disponible dans la librairie CGAL [128]. Cette méthode est celle que nous utiliserons par la suite.

Après le maillage de la surface un algorithme de lissage ou de régularisation est disponible pour optimiser la surface extraite. Cet algorithme utilise un opérateur Laplacien, Laplacien-HC ou un filtre passe bas [12] pour cette opération. Il a été montré par Bade et al. [12] que les deux derniers opérateurs permettent de bien conserver le volume initial des phases présentes.

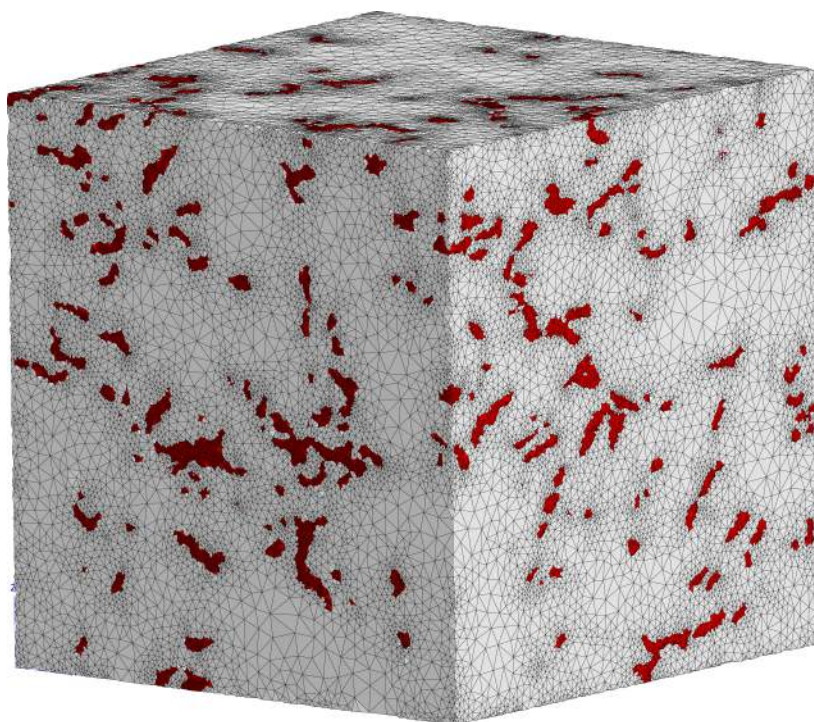
Une librairie libre tetgen [139] est utilisée par Iso2mesh pour générer les maillages 3D à partir des maillages surfaciques 2D préalablement obtenues. Tetgen est capable de créer des maillages 3D contenant plusieurs régions avec des densités de maillage spécifiques à chaque région.

Par ailleurs Iso2mesh présente tout de même un inconvénient, il s'agit de la non régularité des arêtes de la région d'intérêt après le maillage. En effet, pour prendre en compte que

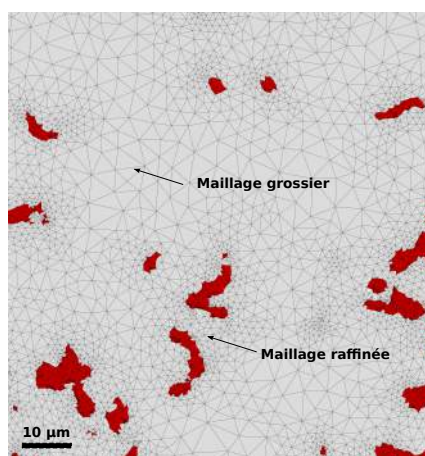
certaines parties des isosurfaces peuvent présenter de fortes variations d'angles Iso2mesh augmente la densité de maille dans ces zones tout en procédant à un léger lissage pour atténuer les angles. Cette opération étant faite automatiquement, la région des arêtes possédant des angles à  $90^\circ$  sont aussi affectées. Pour limiter cet effet non désirable, on peut augmenter la densité de maillage afin d'obtenir des arêtes quasi parfaites.

La figure IV.1(a) représente un exemple de maillage d'un VER. La figure IV.1(b) représente un grossissement d'une région contenant des particules intermétalliques. On peut ainsi observer l'optimisation du maillage. On a choisi de raffiner le maillage dans la région des particules intermétalliques. Et un maillage plus grossier est choisi pour la région de la matrice.

La figure IV.2 (a) représente une coupe verticale de la région maillée dans la figure IV.1. Les isosurfaces des particules intermétalliques laissent apparaître des formes 3D très complexes. On peut voir dans la figure IV.2(b) que Iso2mesh maille fidèlement la microstructure.



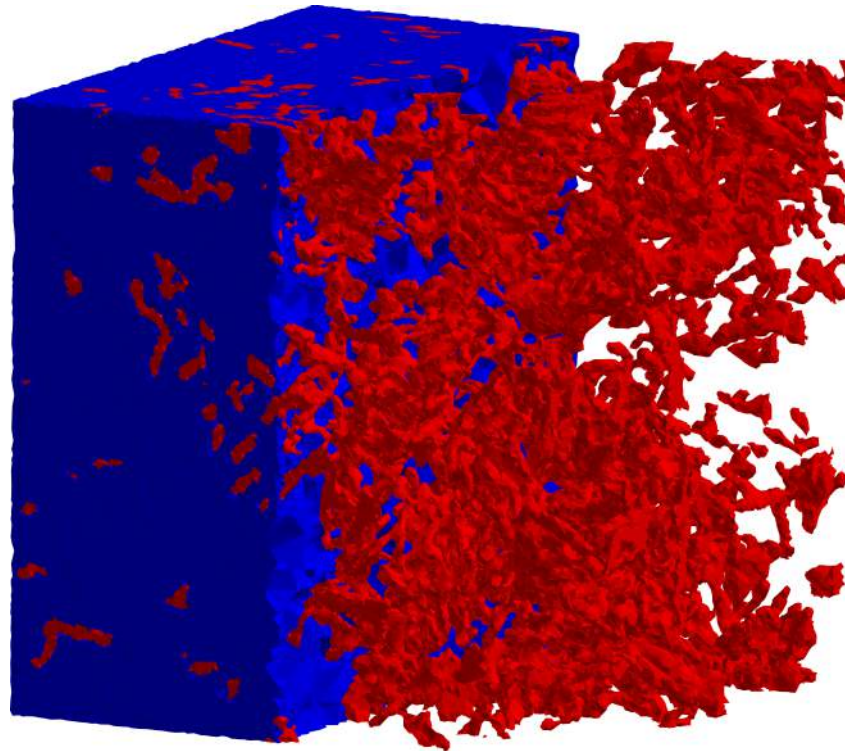
(a) Maillage



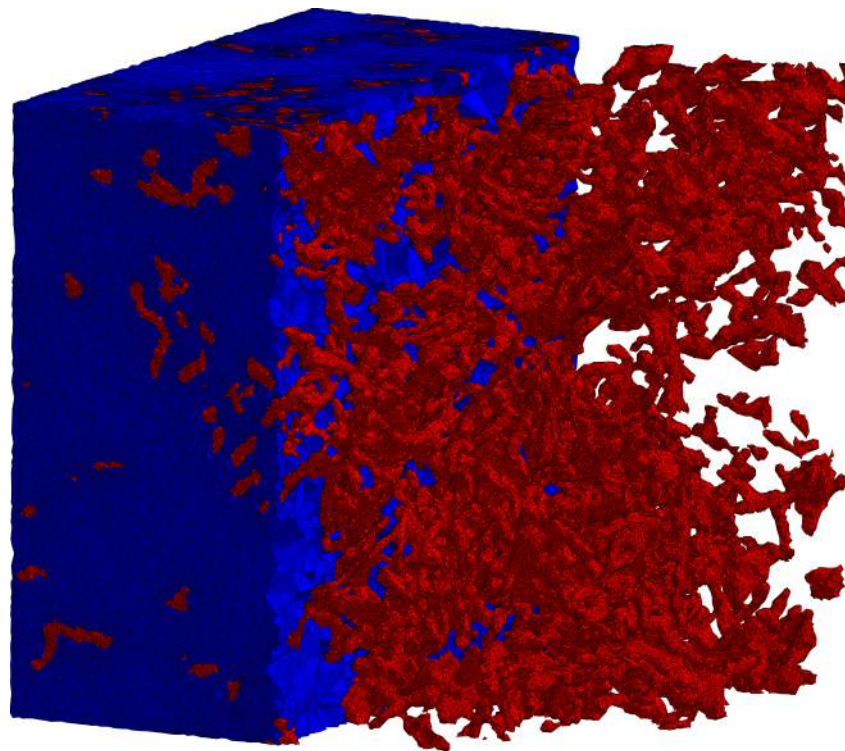
(b) Grossissement

**Figure IV.1** – Maillage d'un volume élémentaire représentatif ( $308 \times 308 \times 308 \mu\text{m}$ )





(a) Isosurface de la microstructure



(b) Maillage de la microstructure

**Figure IV.2** – Maillage d'un volume élémentaire représentatif ( $308 \times 308 \times 308 \mu\text{m}$ )

exemple

### 2.1.3 Identification du comportement de la matrice

Ce que nous appelons matrice consiste en réalité au mélange aluminium silicium. Nous supposons que la composition de l'alliage étant proche de celui de la composition eutectique, on peut faire l'approximation que les particules de silicium sont réparties isotropement dans l'aluminium. Cette approche est d'autant plus légitime qu'il a été observé lors des expériences au MEB, que les phénomènes de localisation de la déformation sont essentiellement contrôlés par les amas de particules intermétalliques. Les régions contenant des particules de silicium se déformant presque comme le reste de la matrice (voir Chapitre 3).

Nous voulons, dans cette partie, identifier le comportement élasto-plastique de cette matrice. Nous supposons qu'elle obéit à une loi de Voce. La démarche adoptée est de représenter le matériau réel par un matériau composite modèle constitué d'une sphère noyée dans la matrice dont on veut identifier le comportement. Ainsi la particule sphérique représente l'ensemble des particules intermétalliques et la matrice représente le mélange aluminium et silicium.

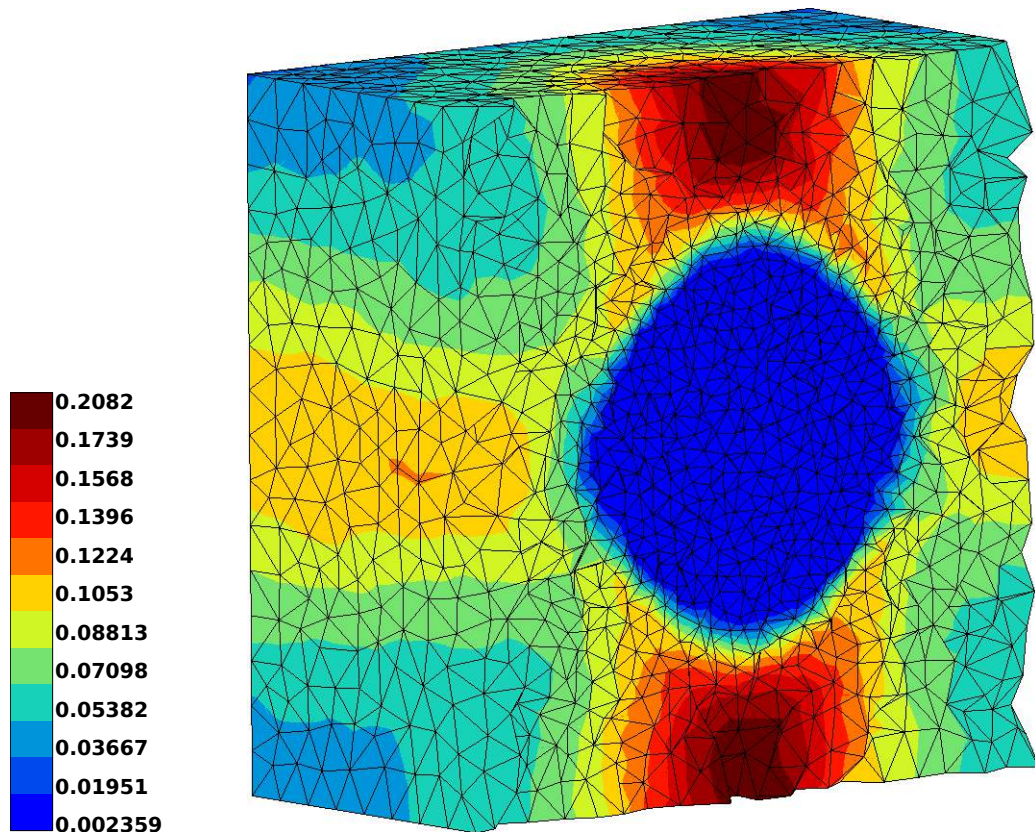
Représenter ainsi le matériau pose l'hypothèse selon laquelle les particules intermétalliques sont uniformément réparties dans la matrice et isolées. Ce qui est bien sûr en contradiction avec ce que l'on a observé jusque-là. Cependant nous admettons que le matériau réel obéit à une loi élasto plastique de type Voce identifiée à partir des essais de compression. Les observations *in situ* et *ex situ* des essais de compression et traction ont montré que les particules intermétalliques rompaient massivement dès le début de l'essai. En considérant cette observation, il est alors aisé de faire l'hypothèse que la loi de comportement identifiée à partir de l'essai de compression se rapproche beaucoup plus du comportement du composite à inclusions sphériques.

La stratégie d'identification consiste donc à trouver les paramètres de la matrice de telle sorte que la loi de comportement globale (matrice et inclusion) corresponde le mieux possible à la fin de l'essai de compression (on considère qu'au début de l'essai les particules sont plus proches de leur forme initiale, puis sont totalement déconnectées les unes des autres à la fin de l'essai).

Nous simulons un essai de compression sur le matériau modèle. Une déformation uni axiale selon l'axe vertical est imposée. La particule sphérique reste élastique ayant pour module

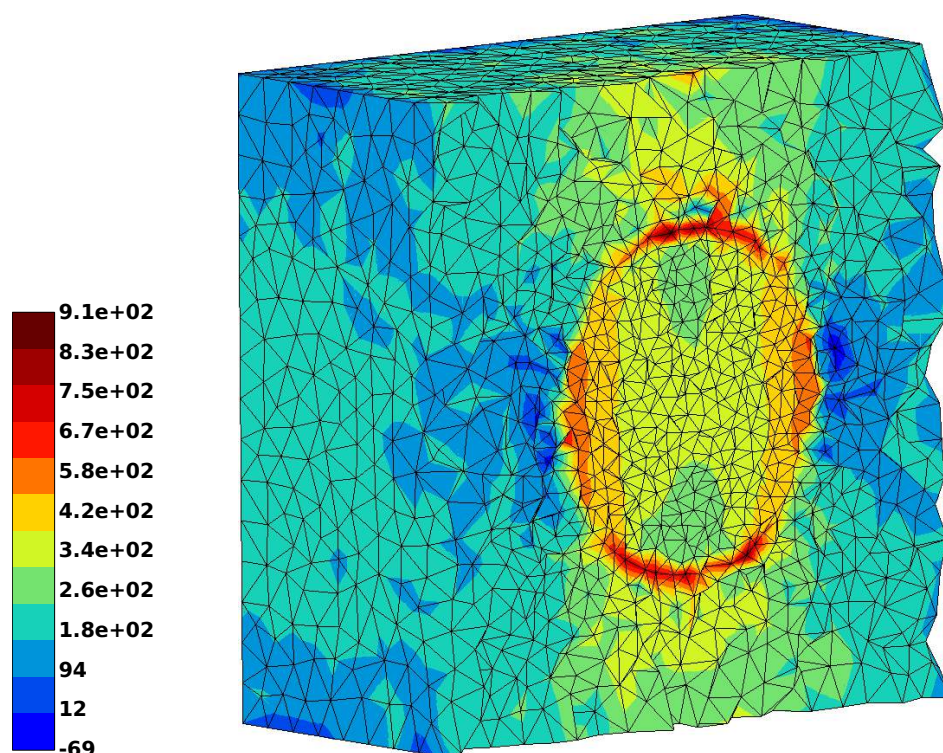
d'Young la valeur identifiée par nano indentation. Des conditions de bords périodiques sont imposées sur les faces latérales du maillage. Pour chaque incrément de déformation imposée, on calcule la déformation et la contrainte équivalente. La courbe obtenue est comparée à la courbe expérimentale.

La figure IV.3 représente les déformations  $\varepsilon_{33}$  dans le matériau modèle pour une déformation imposée de 15%. La figure IV.4 représente la répartition des contraintes principales pour le même état de déformation. La figure IV.5 représente l'histogramme de la répartition des contraintes  $\sigma_{33}$ . On peut voir, qu'à 15% de déformation, la contrainte maximale que peuvent supporter les intermétalliques est atteinte (voir A.1), indiquant la limite de validité du matériau modèle. Le tableau IV.1 récapitule les paramètres de la loi de Voce retenus pour la matrice. Ces paramètres seront utilisés dans la suite. La figure IV.6 représente la comparaison de la loi de comportement simulée et expérimentale.

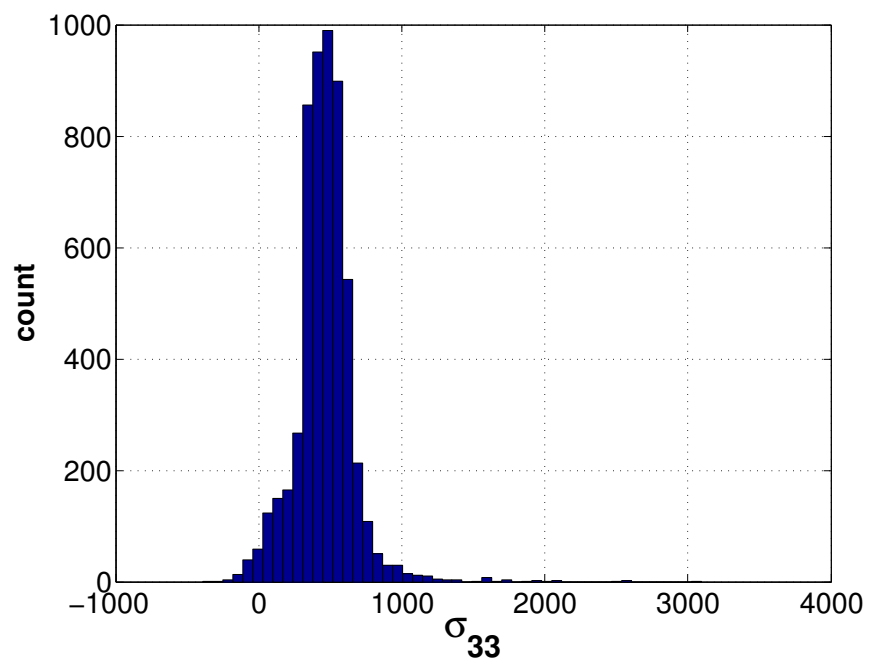


**Figure IV.3** — Déformation  $\varepsilon_{33}$  obtenu par éléments finis dans le matériau modèle à 15% de déformation imposée selon l'axe vertical

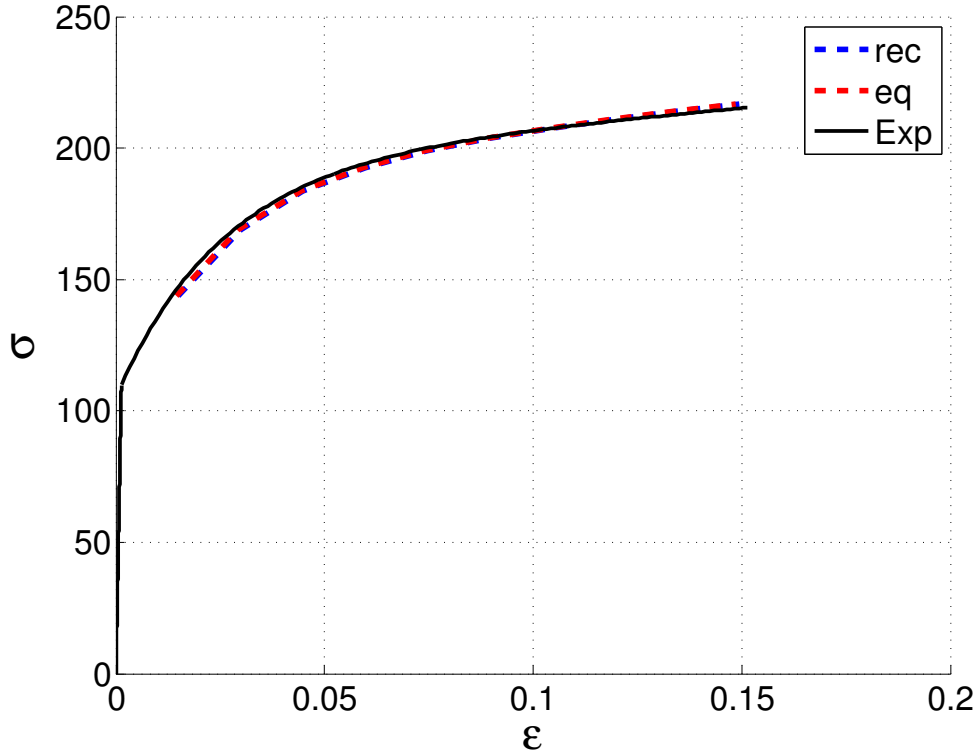




**Figure IV.4** — Contrainte principale maximale dans le matériau modèle à 15% de déformation imposée selon l'axe vertical



**Figure IV.5** – Histogramme des contraintes selon l'axe vertical  $\sigma_{33}$  dans la particule à 15% de déformation imposée selon l'axe vertical



**Figure IV.6** – Comparaison des lois de comportement expérimentale et simulée : *(eq)* et *(rec)* représentent le comportement identifié par éléments finis. *(exp)* est le comportement obtenu par essais de compression

### 2.1.4 Analyses des champs locaux

Nous voulons maintenant observer les champs locaux à l'échelle de la microstructure grâce à la technique des éléments finis. Une modélisation éléments finis sur une région ayant la taille d'un VER est ici réalisée. Une déformation uni-axiale selon la direction verticale de 5% est imposée. La figure IV.7 représente le maillage réalisé de la région d'intérêt. On peut déjà observer sur ce maillage que la répartition des particules intermétalliques dans le volume n'est pas uniforme.

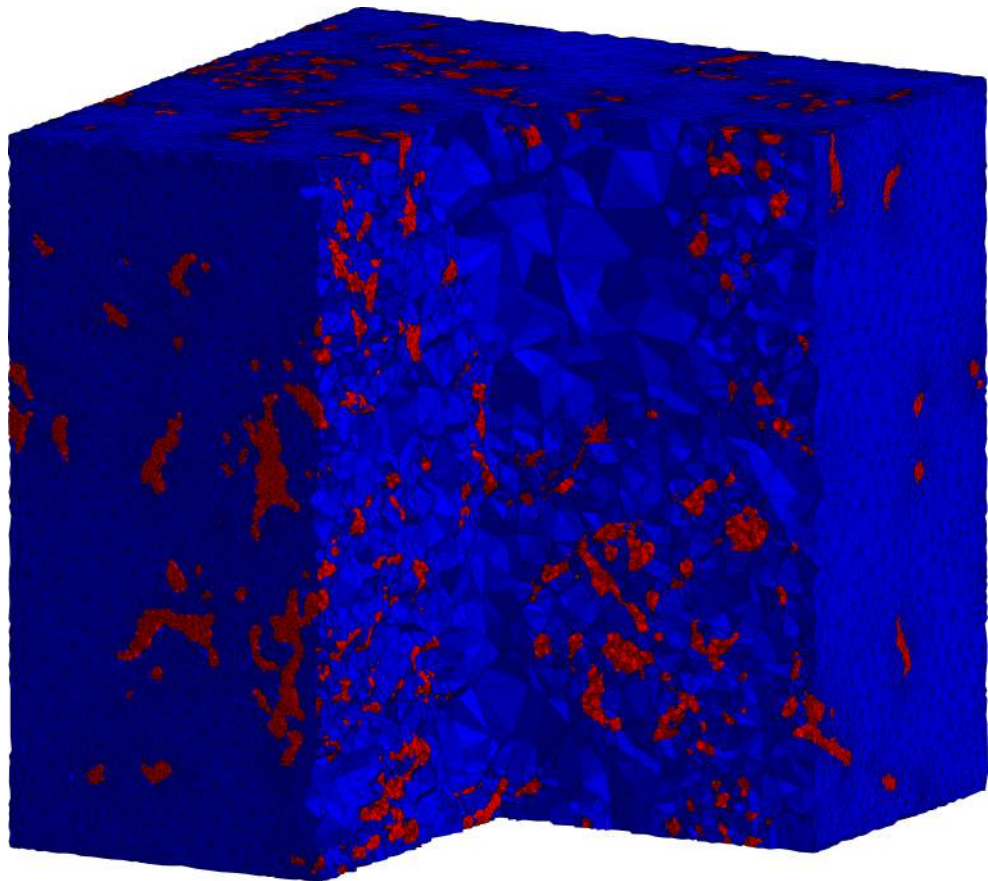
La figure IV.9 et la figure IV.8 représentent respectivement la déformation plastique cumulée et totale  $\epsilon_{33}$ . On peut observer les mêmes mécanismes de localisation que ceux qui ont été observés par corrélation d'images numériques appliquées aux images MEB. En effet, on peut observer que les régions où se trouvent des amas de particules intermétalliques se déforment très peu alors qu'on observe une forte localisation dans la matrice.

La figure IV.10 et la figure IV.11 représentent les champs de contrainte équivalente de Von Mises et le champ de contrainte  $\sigma_{33}$ . On peut observer un très fort contraste entre les contraintes

Paramètres	Valeurs retenues
$\sigma_0$ (Mpa)	100.5
$Q = (\sigma_u - \sigma_0)$ (Mpa)	82.1
$b$	36.5
$\alpha$ (Mpa)	40.8
$E$ (Gpa)	76.535 Gpa
$\nu$	0.3

**Tableau IV.1** – Paramètres de Voce identifiés pour la matrice par éléments finis

supportées par la matrice et celles supportées par les particules intermétalliques. Il apparaît ici clairement, de par leur architecture, que les particules intermétalliques constituent des renforts efficaces, car transférant les contraintes dans tout le volume.



**Figure IV.7** – Maillage initial



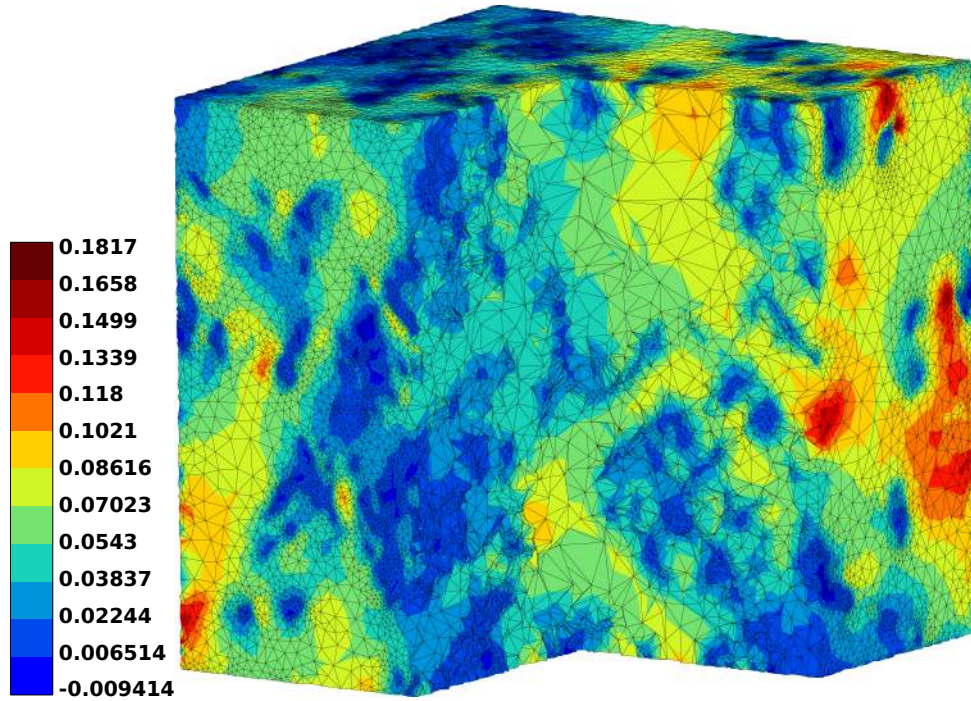


Figure IV.8 – Déformation totale  $\varepsilon_{33}$  selon l'axe verticale pour 5% de déformation  $\varepsilon_{33}$  macroscopique imposée

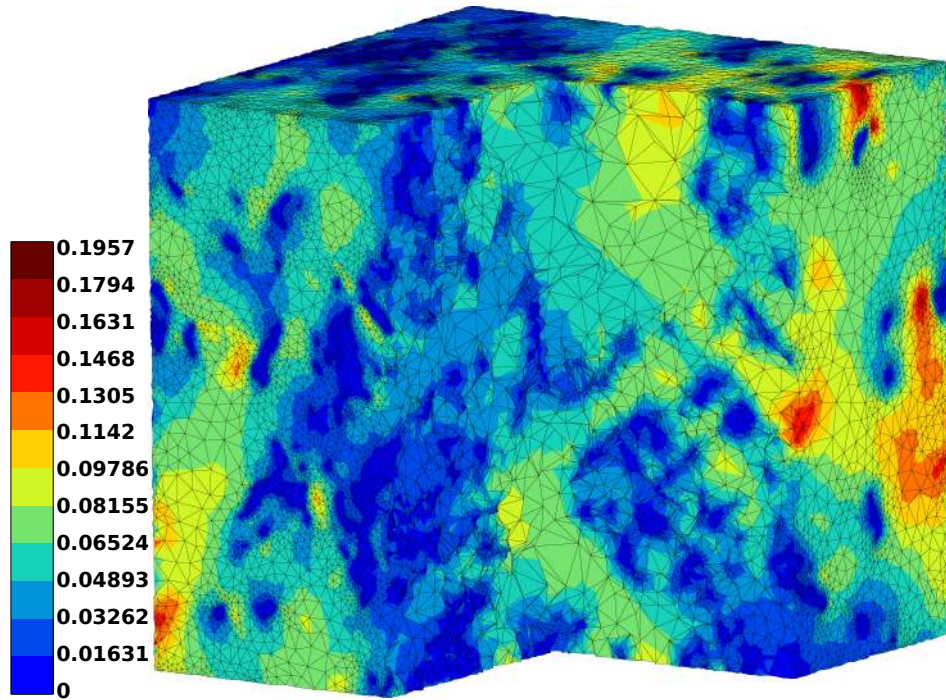


Figure IV.9 – Déformation plastique cumulée pour 5% de déformation  $\varepsilon_{33}$  macroscopique imposée

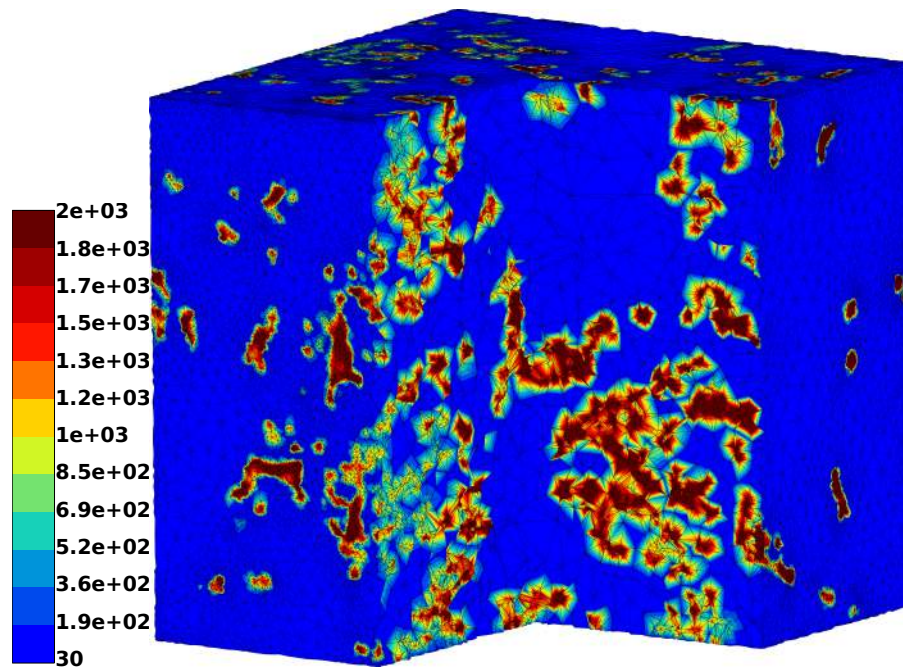


Figure IV.10 – Contrainte équivalente de von Mises pour 5% de déformation  $\varepsilon_{33}$  macroscopique imposée

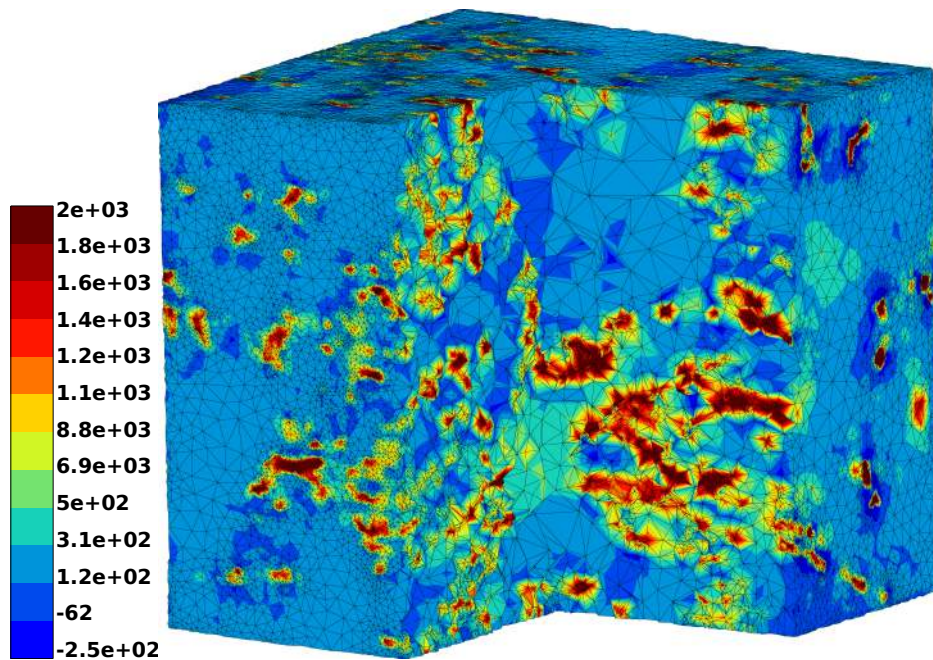


Figure IV.11 – Contrainte  $\sigma_{33}$  obtenu pour 5% de déformation  $\varepsilon_{33}$  macroscopique imposée



### 2.1.5 Calcul des propriétés apparentes et effectives

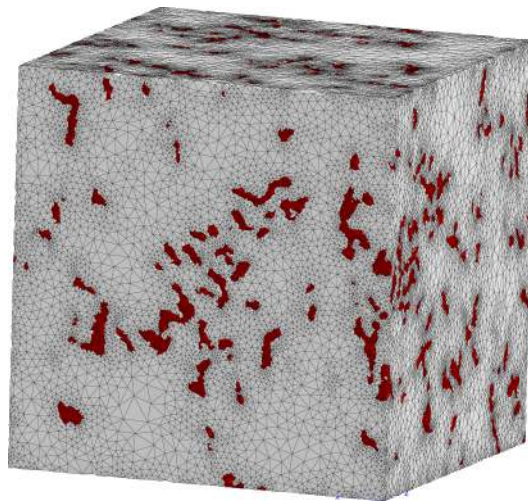
Le VER défini dans le chapitre 2 a été validé sur la base de la représentativité statistique de la concentration en particules intermétalliques. Nous voulons ici vérifier que ce VER est acceptable du point de vue mécanique. Pour cela plusieurs régions ayant la taille d'un VER sont choisies dans le volume. Le but est de tester que le comportement effectif de ces régions est identique.

La figure IV.12 représente le maillage des différentes régions qui ont été choisies pour le calcul.

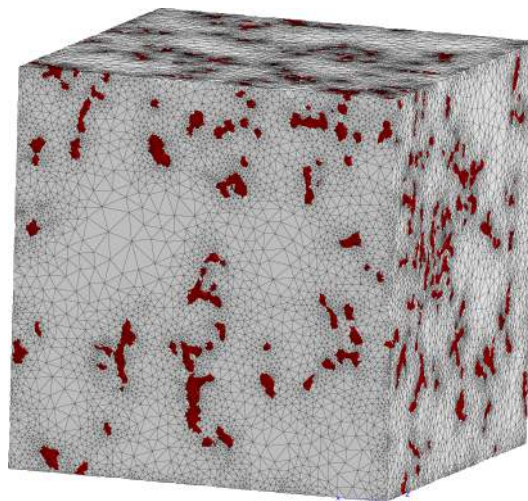
La figure IV.13 représente l'évolution de la contrainte équivalente en fonction de la déformation équivalente pour chaque cas. On peut ainsi observer que bien que la répartition des particules intermétalliques soit différente dans chacune des régions, le comportement effectif de ces régions est identique. On déduit ainsi une validation mécanique du VER.

Par ailleurs, on peut observer que le comportement effectif des trois réalisations est bien supérieur au comportement expérimental obtenu par essai de compression. Cette différence de comportement est due à la seule architecture des particules intermétalliques. Il apparaît ici clairement que la prise en compte de la forme des renforts est d'une importance capitale.

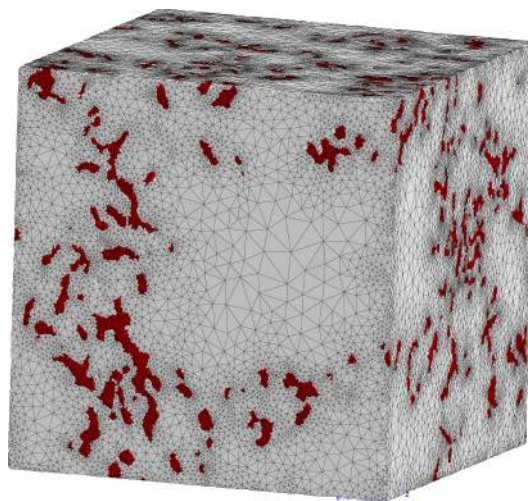
Cette observation met aussi en évidence la forte proportion de charge que supportent les particules intermétalliques dans la microstructure réelle ; alors que la particule sphérique dans le matériau modèle supporte des charges bien en dessous. Sur la figure IV.11 on peut voir que les contraintes  $\sigma_{33}$  dépassent parfois les 2000 MPa, alors que dans la littérature les contraintes maximales que peuvent supporter les intermétalliques dépassent rarement les 1000 MPa. Pour se rapprocher de la courbe expérimentale, obtenue par essai de compression, une loi d'endommagement doit être introduite dans le modèle des particules. Cela vient conforter ce que nous avons souligné et détaillé dans le chapitre 2 et 3, à savoir le fort caractère endommageable du matériau dès les premiers instants de chargement.



(a) VER 1

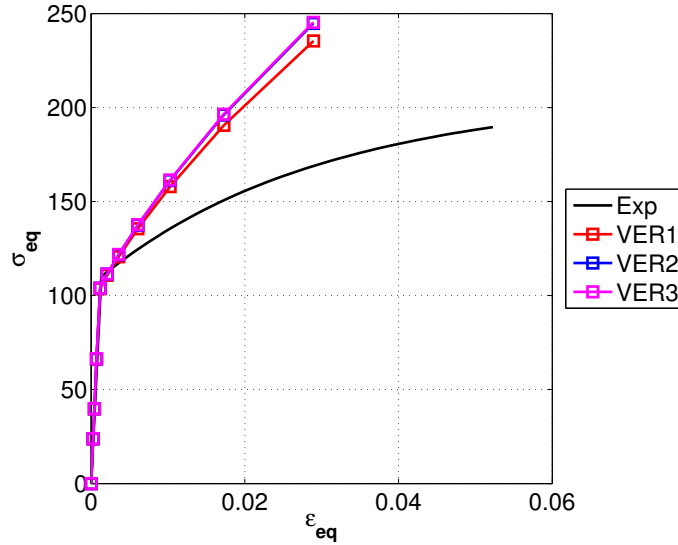


(b) VER 2



(c) VER 3

**Figure IV.12** – Maillage de 3 VER pris dans des régions différentes dans le matériau



**Figure IV.13** – Comportement effectif de trois VER pris dans des régions différentes : (*Exp*) représente la loi de comportement obtenue lors d'un essai de compression en laboratoire, (*VER1*) (*VER2*) et (*VER3*) représentent le comportement effectif obtenu en sollicitant des volumes élémentaires en compression simple.

## 2.2 VER et évolution de l'endommagement

### 2.2.1 Résultats de corrélation d'images

Dans la section précédente nous avons validé d'un point de vue mécanique le VER, en considérant que le matériau avait un comportement élasto-plastique. Cela est bien sûr décalé du comportement du matériau réel. En effet, on peut observer sur la figure IV.11 que la contrainte supportée par les intermétalliques augmente très vite atteignant des valeurs irréalistes (la contrainte à rupture des intermétalliques est de l'ordre de 800-1000 MPa). Un comportement endommageable fragile serait plus approprié pour les particules intermétalliques.

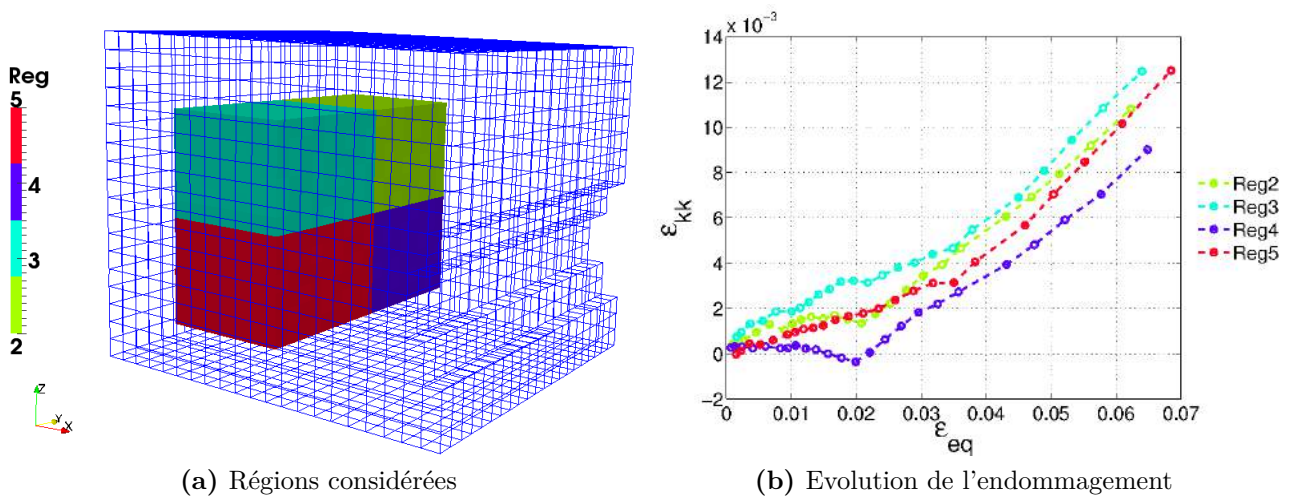
Les résultats de corrélation d'images 3D présentés au chapitre 3 montrent bien que le comportement réel du matériau est un comportement élasto-plastique endommageable. On observe que le comportement endommageable apparaît dès les premiers instants du chargement témoignant de la rupture précoce des particules de seconde phase.

Il serait intéressant d'étudier si le VER que nous avons défini est représentatif en considérant le comportement réel du matériau. Pour cela nous définissons 4 régions dans le maillage qui a servi à la corrélation d'images numériques 3D (voir figure IV.14(a)). Ces 4 régions ont la taille

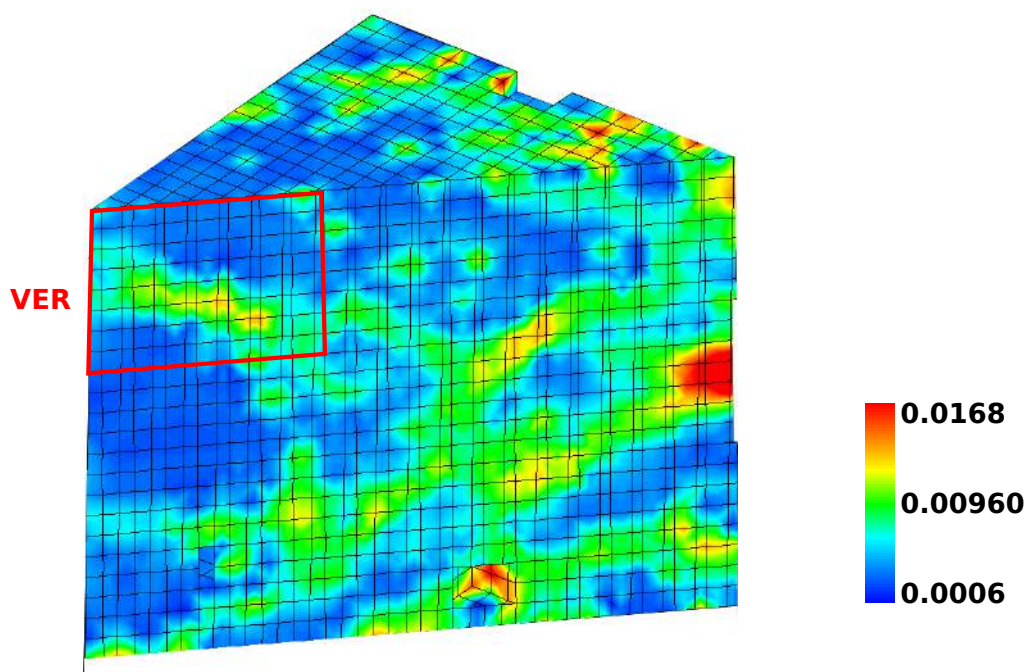
minimum du VER défini au chapitre 2.

La figure IV.14(b) représente l'évolution de l'endommagement (moyenne volumique de la trace de la déformation) en fonction de la déformation équivalente pour chacune des régions. On peut observer que, bien que les 4 régions aient la même taille, l'évolution de l'endommagement est très différente d'une région à l'autre. Il apparaît ici que la notion de VER basée sur la seule représentativité statistique de la fraction volumique des particules intermétalliques est insuffisante pour être représentative du comportement réel du matériau.

La répartition spatiale des amas de particules intermétalliques est à l'origine des écarts que l'on observe sur la figure IV.14. Le phénomène de localisation des déformations étant différent d'un volume à l'autre, l'endommagement varie aussi en fonction de la région observée. La figure IV.15 représente les résultats de corrélation d'images entre les deux derniers états de chargements avant la rupture de l'éprouvette. Une coupe plane selon la diagonale de la section de l'éprouvette a été réalisée pour observer les mécanismes de déformation à cœur. On peut alors observer des bandes de localisation non uniformément réparties dans le volume. Le but des travaux qui vont suivre sera de proposer un modèle qui peut prévoir l'apparition de ces bandes de localisation. La répartition spatiale et des paramètres morphologiques des particules intermétalliques doivent être pris en compte en plus de leur fraction volumique. Par la suite on gardera la même définition du VER (chapitre 2) qui sera le volume de référence de travail.



**Figure IV.14** – Evolution de l'endommagement en fonction de la déformation équivalente pour différentes régions



**Figure IV.15** — Observation des bandes de localisation 3D de la déformation sur une coup à 45 ° (diagonale de l'éprouvette) entre les deux derniers états de déformations

## 3 Morphologie et caractérisation spatiale de la microstructure.

### 3.1 Endommagement ductile et répartition spatiale des inclusions

Argon [3] est l'un des premiers à souligner l'effet prépondérant de la répartition spatiale des inclusions sur les mécanismes de déformation et d'endommagement dans un acier mis en solution. Il a observé que les régions, où les inclusions étaient le plus rapprochées, faisaient barrière à la déformation plastique. Ceci le conduit à des interprétations selon lesquelles ces régions devraient s'endommager beaucoup plus que le reste du matériau. Argon et al. [3] proposent alors un modèle analytique pour décrire l'endommagement comme une fonction de la taille des particules mais aussi de leur proximité les unes par rapport aux autres. Ces études analytiques sont basées sur l'idée que la non uniformité de la répartition spatiale des inclusions est à l'origine de leurs ruptures prématurées dans les régions où elles s'organisent en amas. La rupture de ces amas (conduisant à la germination de cavités) conduit à une distribution non uniforme des cavités dans la matrice. Ce point de vue est partagé par la majorité des chercheurs [49, 50, 89].



Il est à noter que les modèles d'endommagement, fondés sur la description micromécanique de l'endommagement (germination, croissance et coalescence des cavités), prennent rarement en compte l'organisation spatiale des inclusions. Ces modèles ont mis l'accent sur les interactions entre les cavités en considérant une microstructure homogène. Des études expérimentales concernant le rôle de la distribution spatiale des inclusions sur la coalescence des cavités furent réalisées par Koss et al. [41, 53, 104]. Ils prouvent ainsi qu'un seuil critique de fraction volumique locale est nécessaire pour initier la coalescence des cavités. D'autres auteurs partagent le même avis [17, 18, 53, 103]. D'une certaine manière, les observations expérimentales que nous avons réalisées rejoignent ces différentes conclusions. En effet, il a été observé que beaucoup de cavités apparaissaient par décohésion des particules de silicium sous l'effet de la déformation plastique. Cependant, quand les inclusions sont de nature différente, les mécanismes d'endommagement sont plus complexes et l'interaction entre les différentes phases est à prendre en compte. Dans notre cas ces conclusions ne sont pas valables pour les particules intermétalliques au vu des observations expérimentales. La chimie de l'alliage est de ce fait un paramètre important à prendre en compte. Les particules intermétalliques contrôlant exclusivement les mécanismes de déformation, une attention particulière est donc accordée à leurs morphologies et répartitions spatiales. Ce qui suivra aura pour but d'identifier, en plus de la fraction volumique de particules, d'autres paramètres qui pourront servir à enrichir la description de la microstructure du matériau. On s'intéressera notamment aux techniques de tessellation spatiale.

### 3.2 Squelettisation des particules intermétalliques

Des études antérieures ont mis en évidence que les particules intermétalliques rompaient par branches [14, 111]. Les études présentées dans le chapitre 2 ont montré que les particules intermétalliques cassent d'abord à la périphérie et puis par paquets. Pour analyser plus en détail ces mécanismes, nous nous sommes intéressés à l'architecture des particules intermétalliques.

Un des moyens d'étudier l'architecture est de déterminer les squelettes des particules. Pour obtenir le squelette des particules intermétalliques nous utilisons les routines du logiciel libre ImageJ contenant par défaut le paquet Skeletonize2D/3D.

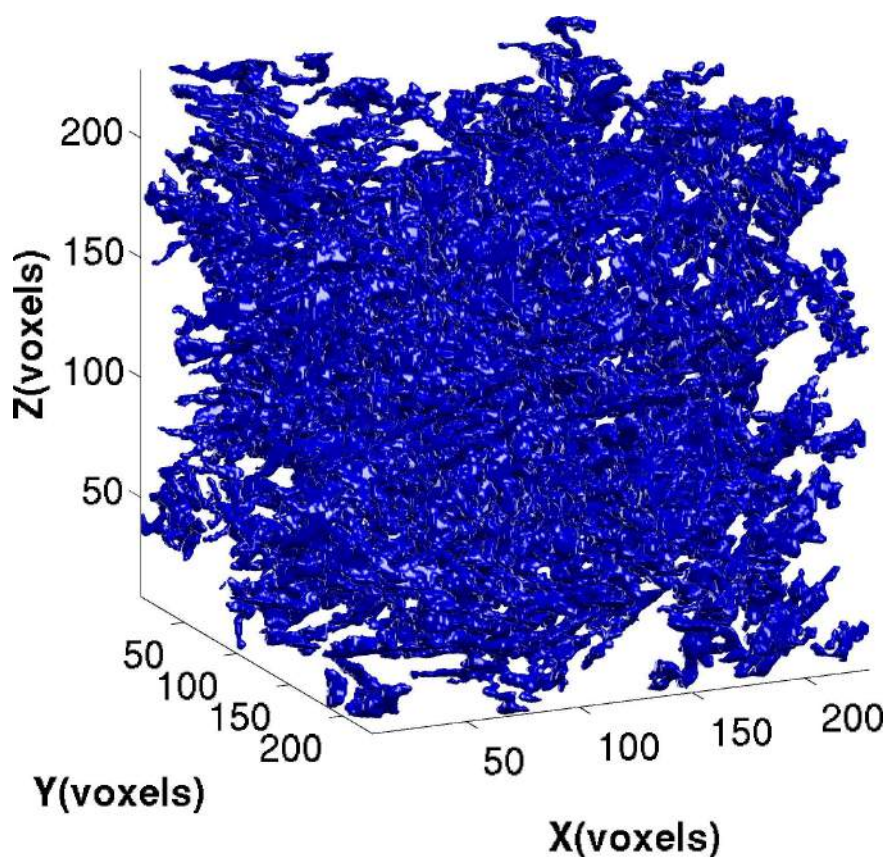
La figure IV.16 représente les isosurfaces des particules intermétalliques initiales qui ont été extraites par segmentation des images tomographiques provenant de la ligne ID15 de l'ESRF. La figure IV.17 représente le squelette obtenu. En observant le squelette on peut remarquer qu'il se présente comme étant la connexion entre plusieurs filaments qui couvrent tout le volume observé.

### IV.3 Morphologie et caractérisation spatiale de la microstructure.

---

ImageJ offre aussi une bibliothèque nommée `AnalyzeSkeleton` qui permet d'étudier la statistique du squelette obtenue. On peut ainsi énumérer le nombre de points de fin et de connexion. En effet, il permet de classer les voxels en fonction du nombre de voisins qu'ils possèdent. Ainsi les voxels possédant seulement 1 voisin sont classés comme étant des points de fin. Les voxels ayant plus de deux voisins sont classés comme des points de jonction. La figure IV.18 schématise le principe d'obtention du squelette d'une particule. Ce que nous appellerons points de jonction et de fin y sont aussi schématisés.

La figure IV.19 et la figure IV.20 représentent respectivement les points de jonction et de fin obtenus dans une région de la taille d'un VER. On peut ainsi observer une densité importante de points de connexion indiquant une interconnectivité très grande.



**Figure IV.16** — Particule intermétalliques dans un VER

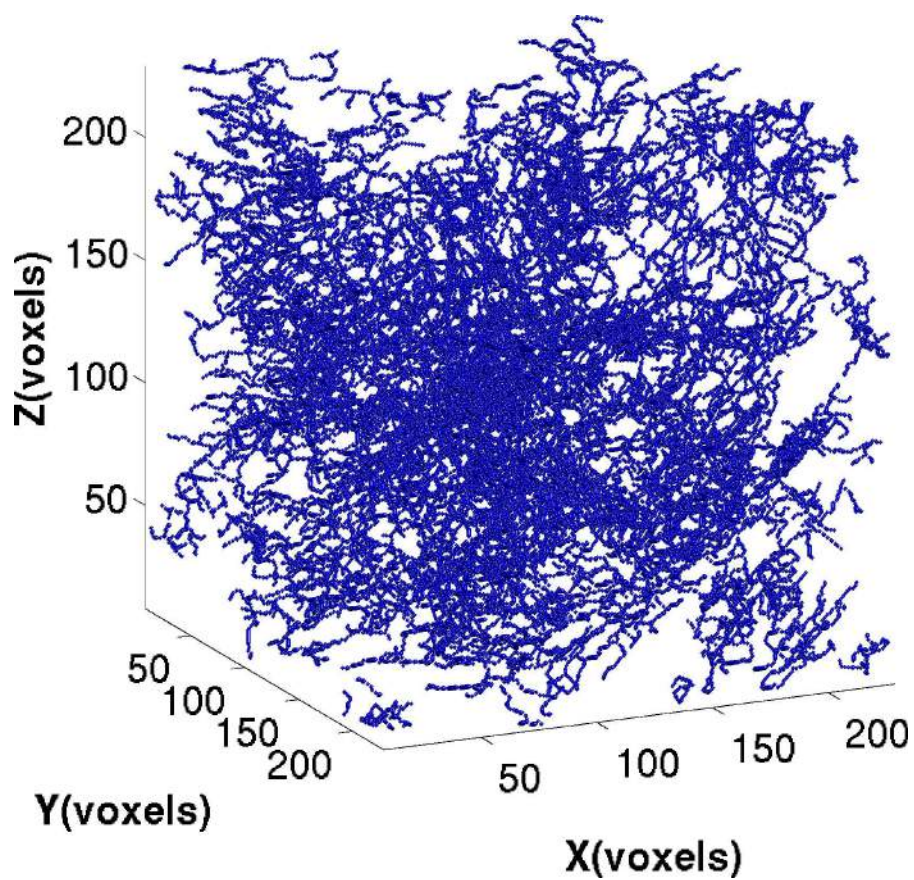


Figure IV.17 – Squelette des particules intermétalliques dans un VER

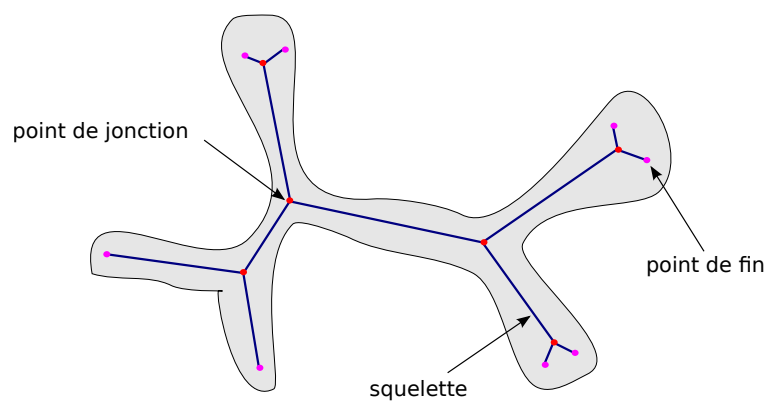


Figure IV.18 – Principe de la distinction entre points de jonction et points de fin.



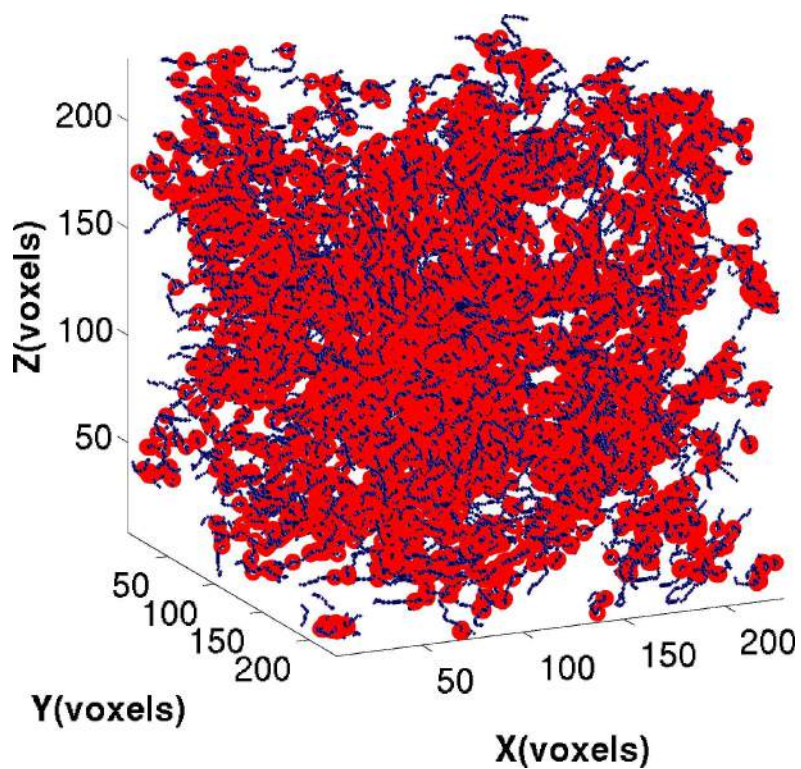


Figure IV.19 – Points de jonction obtenus à partir du squelette des particules.

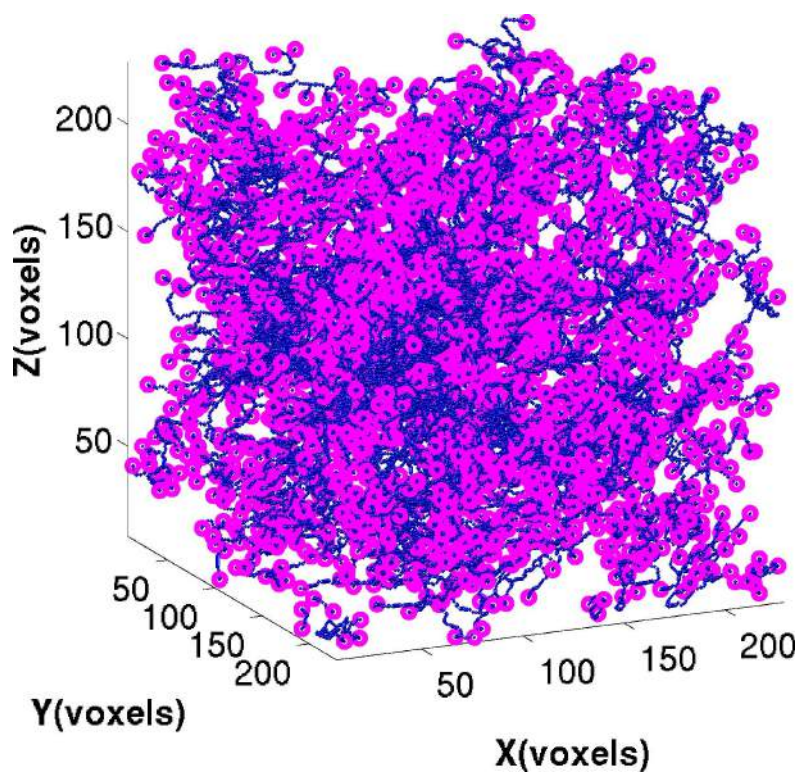
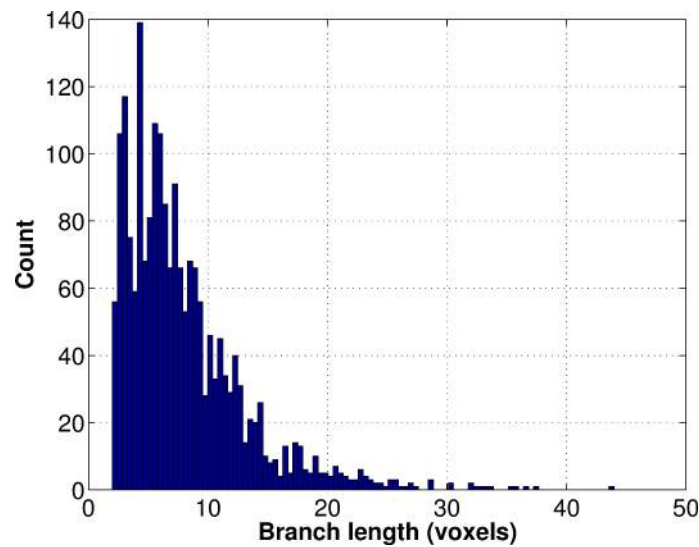


Figure IV.20 – Points de fin obtenus à partir du squelette des particules.

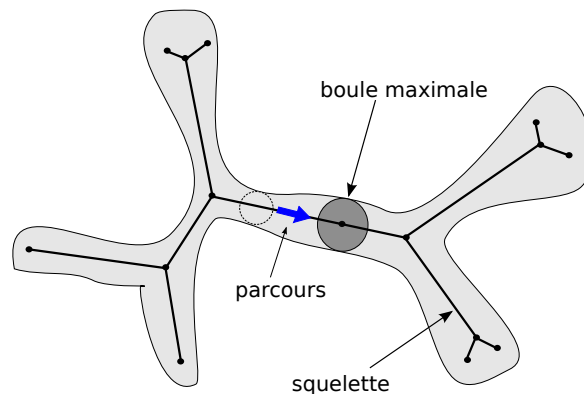
### 3.2.1 Paramètres microstructuraux obtenus à partir du squelette

A l'aide du squelette de la particule on peut mesurer un certain nombre de paramètres relatifs à la morphologie des particules intermétalliques. La figure IV.21 représente la longueur euclidienne de toutes les branches composant le squelette. On définit comme longueur euclidienne des branches la plus petite distance reliant les extrémités de la branche.

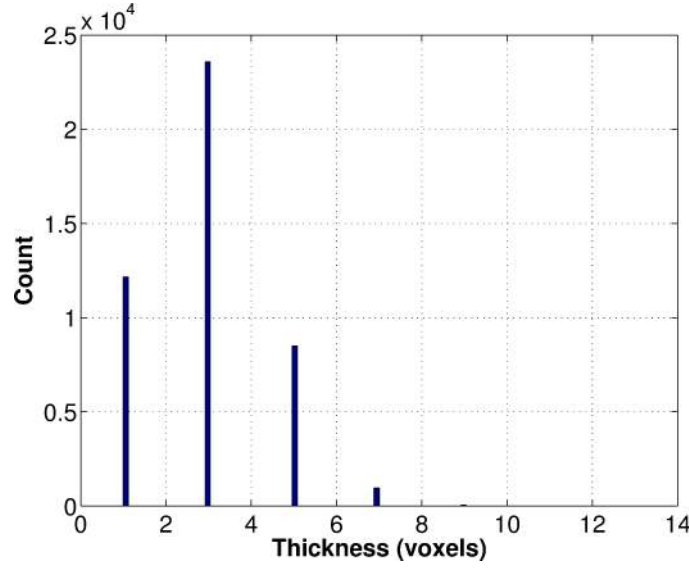


**Figure IV.21** – Histogramme de la longueur euclidienne des branches, 1 voxel = 1.4  $\mu\text{m}$

En vue des études précédentes mettant en évidence la rupture des intermétalliques aux branchements, nous avons déterminé l'épaisseur des particules. La figure IV.22 montre comment nous définissons l'épaisseur de la particule. Il s'agit en effet de trouver le diamètre de la boule maximale que peut contenir la particule. La figure IV.23 montre le résultat obtenu. On peut ainsi observer que les particules ont une épaisseur moyenne de 3 voxels.



**Figure IV.22** – Principe de calcul de l'épaisseur des branches, 1 voxel = 1.4  $\mu\text{m}$



**Figure IV.23** – Histogramme des épaisseurs des branches, 1voxel = 1.4  $\mu\text{m}$

On peut aussi avoir accès à la tortuosité des branches. Dans la littérature, la tortuosité est définie comme le rapport de la longueur de la branche sur la distance euclidienne séparant ses extrémités. Soit  $L_b$  la longueur de la branche et  $d_e$  la distance euclidienne séparant les extrémités de la branche. On écrit :

$$\alpha = \frac{1}{\gamma} = \frac{L_b}{d_e} \quad (\text{IV.1})$$

où  $\alpha$  est la tortuosité de la branche ( $\gamma$  est l'inverse de la tortuosité). Plus  $\alpha$  est grand ( $\gamma$  tend vers 0) plus la branche est tortueuse, de même plus  $\alpha$  est proche de 1 ( $\gamma$  proche 1) moins la branche est tortueuse. On choisira sur les graphiques de tracer  $\gamma$  au lieu de  $\alpha$  pour des raisons de facilité de lecture.

La figure IV.24 représente l'histogramme des valeurs de  $\gamma$  calculées pour toutes les branches. On peut voir que la majorité des branches sont peu tortueuses. La figure IV.24 représente l'évolution de  $\gamma$  en fonction de la longueur des branches. On observe que, malgré que la longueur des branches augmente elles restent peu tortueuses.

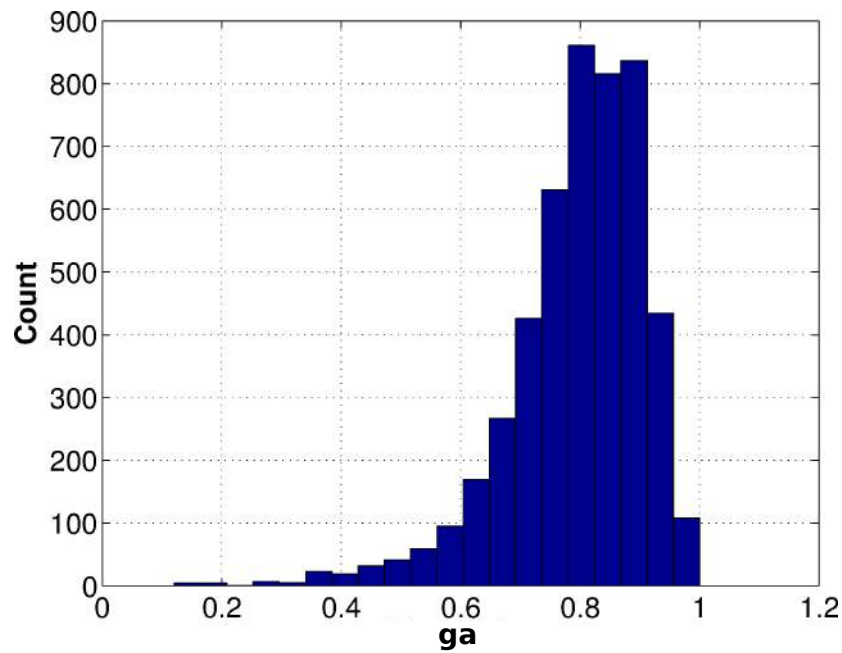


Figure IV.24 – Histogramme de la répartition de  $\gamma$

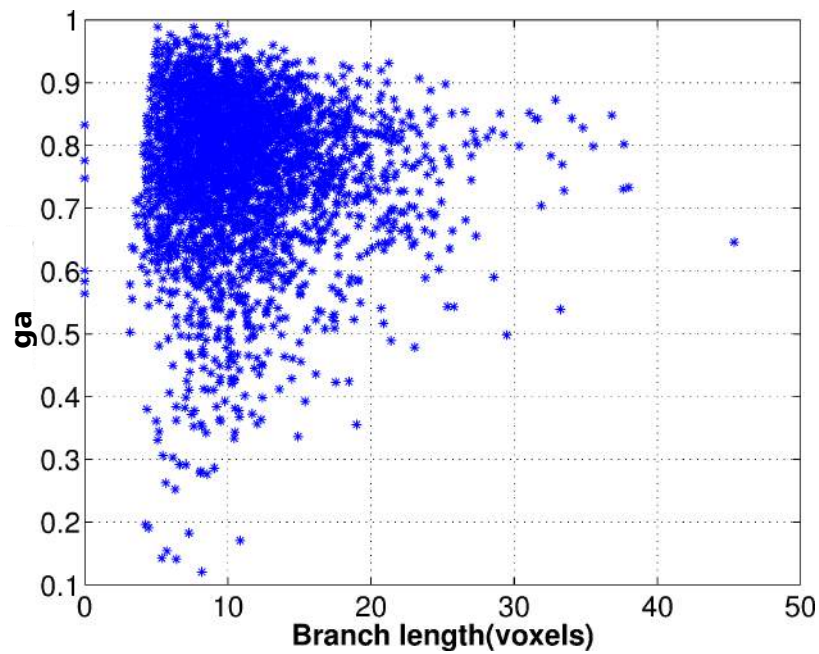


Figure IV.25 – Evolution de  $\gamma$  en fonction de la longueur des branches , 1voxel = 1.4  $\mu\text{m}$



### 3.3 Caractérisation topologique et spatiale des particules intermétalliques

La caractérisation de la répartition spatiale d'objets est courante dans beaucoup de domaines scientifiques, notamment en mathématique et informatique. Il s'agit en général d'étudier l'existence d'un ordre au sein d'objets *a priori* répartis de manière aléatoire. Par exemple la tessellation vise à subdiviser l'espace 2D ou 3D en un ensemble de sous domaines ou cellules caractérisant le degré de similarité des objets qu'ils contiennent. Cette subdivision de l'espace est appelé le diagramme de Voronoï [159]. Selon Okabe et al. [113], il existe un nombre illimité d'algorithmes de tessellation pour caractériser spatialement une population donnée. En métallurgie la plupart des études adoptent la tessellation de Dirichlet [38] pour faire apparaître certains arrangements spatiaux des particules de seconde phase ou inclusions.

La manière dont est construite la tessellation de Dirichlet à partir de points, stipule qu'une cellule individuelle du diagramme de Voronoï relative à un point donné contient la région la plus proche possible de ce point. Ces points peuvent être par exemple le centre de gravité des particules de seconde phase. Lorsque la répartition spatiale des points n'est pas homogène, on peut le distinguer sur le diagramme de Voronoï. Les régions où les points sont le plus proches contiennent des cellules de Voronoï plus petites et ayant plus d'arêtes à leurs contours. En revanche, les régions contenant peu de points et assez distants contiennent des cellules plus grandes. Des algorithmes de traitement du diagramme de Voronoï sont alors nécessaires pour identifier les groupes de particules [27, 137, 164].

Les études de Burger et al. [27] montrent des exemples en métallurgie de la corrélation entre diagramme de Voronoï et répartition spatiale des particules de seconde phase. D'autres auteurs [121, 122] ont établi avec succès la relation entre comportement mécanique macroscopique ou microscopique et la répartition spatiale des particules de seconde phase.

Spitzig et al. [144] arrivent à extraire un arrangement spatial des particules de seconde phase dans un acier poreux en utilisant la tessellation de Dirichlet combinée à une caractérisation locale de la densité de particules.

Une alternative à l'utilisation de la tessellation de Dirichlet consiste en la technique dite de dilatations successives introduite par Shehata et al. [137]. En effet il s'agit d'identifier des arrangements spatiaux en utilisant des opérations de traitement d'images, notamment la dila-

tation. Dans la technique de Shehata et al. les particules de seconde phase sont dilatées jusqu'à ce qu'elles soient tous connectées. Des érosions successives permettent ensuite d'identifier l'arrangement que l'on souhaite observer.

Hormis la facilité de mise en œuvre, la technique de Shehata et al. [137] a l'avantage de mieux prendre en compte la forme des particules. Un paramètre qui devient non négligeable lorsque les particules présentent des formes anisotropes dans l'espace.

Bien que la tessellation de Dirichlet et la méthode de Shehata et al. proposent des techniques fonctionnelles de caractérisation morphologique, elles restent très limitées quand à la définition de l'ordre de l'arrangement que l'on souhaite identifier. En effet, la version basique de ces deux méthodes ne permet qu'une identification d'arrangements qualifiés du premier ordre. L'arrangement du second ordre étant la caractérisation de la répartition spatiale du premier ordre.

Des techniques de caractérisation plus sophistiquées sont alors nécessaires pour prendre en compte plusieurs ordre d'arrangement. Pour nos travaux nous utiliserons la technique de la classification hiérarchique.

### 3.3.1 La classification hiérarchique

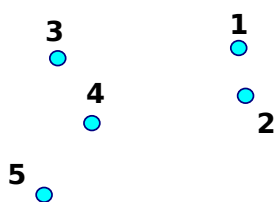
Comme pour la plupart des outils de traitement de données, la classification hiérarchique vise à obtenir une représentation schématique simple d'une population (échantillon) en s'aidant de descripteurs caractérisant chaque individu. L'objectif est de répartir l'échantillon en groupes d'objets homogènes, chaque groupe étant "distinct" des autres. L'intérêt majeur de la technique de la classification est de pouvoir enrichir la description en donnant la possibilité de définir des sections à l'intérieur des groupes principaux et même des subdivisions de ces sections et ainsi de suite. On obtient ainsi une hiérarchie qui se présente sous forme d'une suite de partitions emboîtées à différents niveau de la population initiale.

On parle de classification hiérarchique, qui peut être représentée par un arbre dont les nœuds représentent les différentes subdivisions de l'échantillon considéré.

Dans les sciences du vivant, notamment en génétique, on a recours systématiquement à la classification pour identifier des familles de gènes.

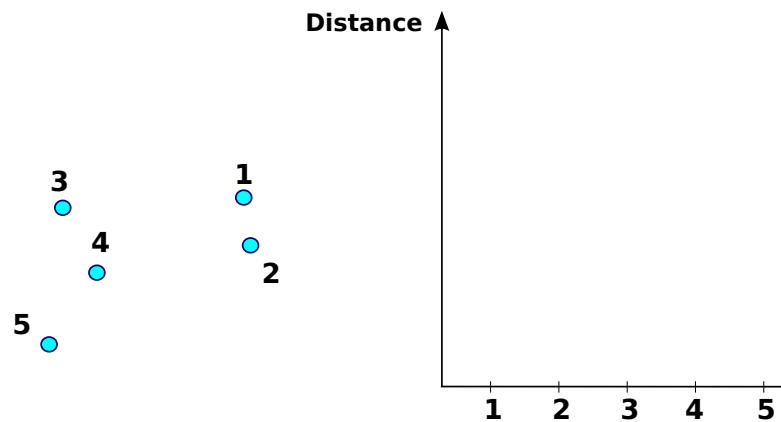
### 3.3.2 Principes de l'algorithme classification

L'objectif de la classification hiérarchique est de répartir des individus en classes auxquelles on reconnaît une certaine homogénéité. Avant de classer ces individus une description de leurs relations les uns par rapport aux autres doit être réalisée. Pour cela nous devons disposer d'un descripteur qui doit caractériser chaque individu. Dans notre cas il s'agit de la position dans l'espace de l'individu considéré. Pour expliquer comment fonctionne l'algorithme de classification hiérarchique nous prenons l'exemple de 5 points (individus) dans l'espace 2D (voir figure IV.26).



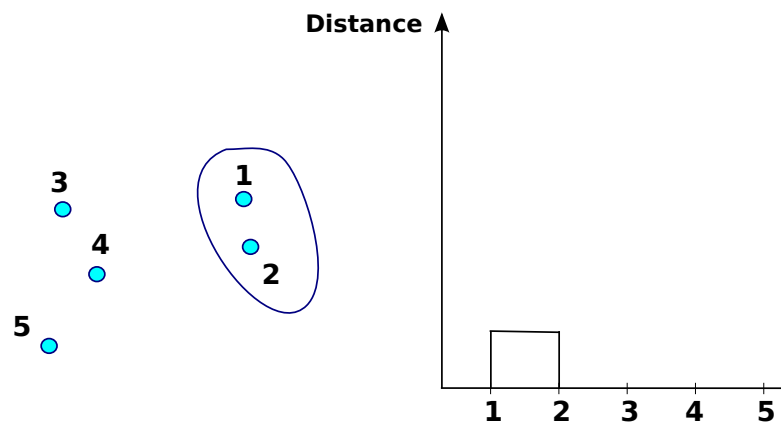
**Figure IV.26** – Exemple de nuage de points

L'idée est de classer les individus selon qu'ils soient proches les uns des autres. La notion de proximité est dans notre cas traduit par la distance. Il existe plusieurs façons de calculer la distance entre individus. Les distances euclidiennes seront utilisées dans l'ensemble de nos travaux. La première étape consiste à construire la matrice de distances entre les 5 points. Par ailleurs, pour représenter l'opération de classification, on se sert d'un graphique dont l'abscisse contient les individus que l'on veut classer et en ordonnée les distances. Ce graphique est appelé un dendrogramme (voir figure IV.27).



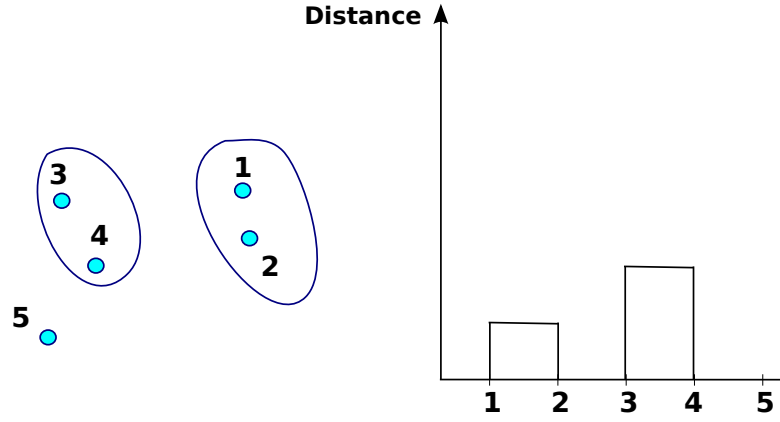
**Figure IV.27** – Configuration d'un dendrogramme

La classification hiérarchique procède par incrément, à chaque incrément on regroupe les deux éléments les plus proches. Les points 1 et 2 sont les plus proches, ils sont alors regroupés dans une classe (voir figure IV.28).



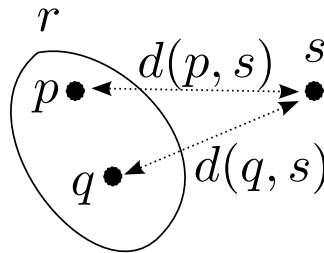
**Figure IV.28** – Classification hiérarchique : étape 1

Dans la deuxième étape les points 3 et 4 sont les plus proches, ils sont aussi regroupés dans une classe (voir figure IV.29).



**Figure IV.29** – Classification hiérarchique : étape 2

A partir de ce moment il ne reste plus qu'un seul élément individuel qui est le point 5, et deux classes qui regroupent les points (1,2) et (3,4). L'œil humain n'a aucun problème à remarquer que le point 5 est plus proche de la classe regroupant 3 et 4. Pour l'ordinateur, dès le départ, on introduit un critère mathématique d'agrégation pour mesurer la distance entre classes mais aussi entre une classe et un individu. A chaque fois que deux éléments sont regroupés on calcule une distance caractéristique en fonction de ce critère. Supposons un cluster  $r$ , créé à partir de l'agrégation du cluster  $p$  et  $q$  (voir figure IV.30), l'idée est de lui affecter une distance caractéristique par rapport à un cluster  $s$  que l'on appelle  $d(r, s)$ .



**Figure IV.30** – Illustration des distances entre classes

Il existe plusieurs manières de calculer la distance  $d(r, s)$  :

- La méthode de la moyenne des distances :

$$d(r, s) = \frac{1}{n_r n_s} \sum_{i=1}^{n_r} \sum_{j=1}^{n_s} d(x_{ri}, x_{sj}) \quad (\text{IV.2})$$

où  $x_{ri}$  est le  $i$ -ème objet contenu dans la classe  $r$  et  $n_r$ ,  $n_s$  sont le nombre d'objets contenus

respectivement dans les classes  $r$  et  $s$ .

- La méthode de Ward :

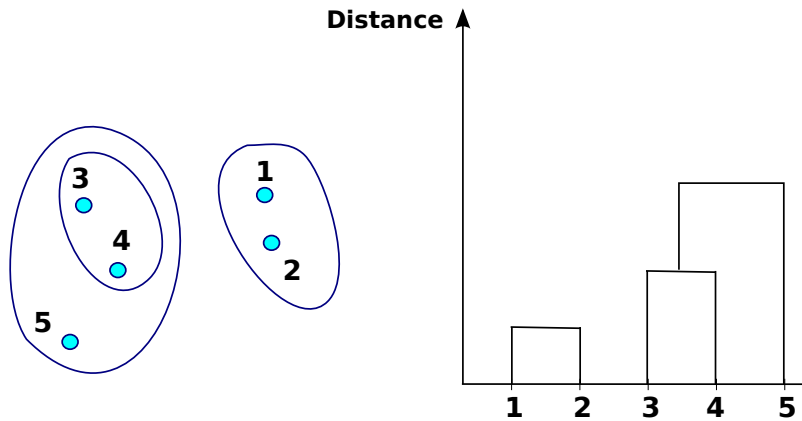
$$d(r, s) = \frac{2n_r n_s}{n_r + n_s} \|\bar{x}_r - \bar{x}_s\| \quad (\text{IV.3})$$

où  $\bar{x}_r$   $\bar{x}_s$  sont les centres de gravité respectifs des classes  $r$  et  $s$

- La méthode de la moyenne des distances pondérées :

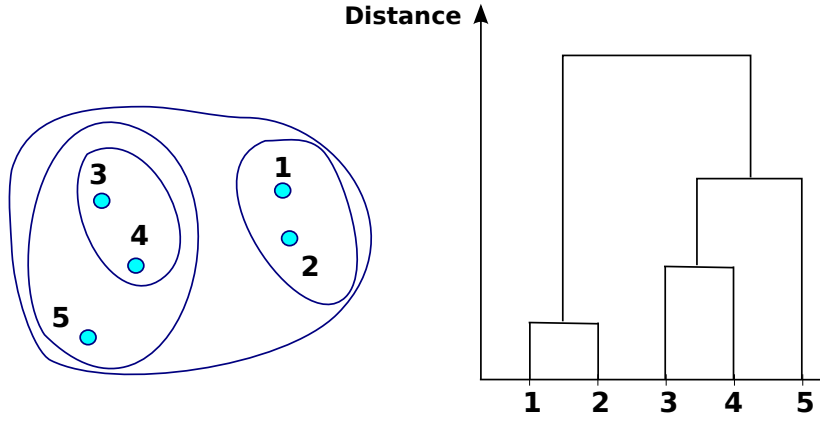
$$d(r, s) = \frac{d(p, s) + d(q, s)}{2} \quad (\text{IV.4})$$

Si on prend par exemple le critère du centre de gravité pondéré par le nombre d'éléments contenus dans les classes concernées, on peut regrouper les points 3, 4 et 5 dans une nouvelle classe (voir figure IV.31)



**Figure IV.31** – Classification hiérarchique : étape 3

On arrive à la fin de la classification hiérarchique lorsqu'on obtient une seule classe regroupant tous les individus (voir figure IV.32)



**Figure IV.32** – Classification hiérarchique : étape 4

Lorsque la construction du dendrogramme est achevée, vient l'étape où l'on décide de la pertinence de l'ensemble des classes formées. La décision vient alors à l'utilisateur quant à la manière dont il souhaite classifier ses données. L'une des possibilités est que l'on connaisse exactement le nombre de classes que l'on souhaite obtenir. Dans ce cas, il suffit de couper le dendrogramme au niveau qui nous permet d'avoir exactement le nombre de classes souhaitées.

Cependant la connaissance exacte du nombre de classes contenues dans les données est un cas particulier. En général, on ne connaît pas ce nombre. Il existe alors des critères de coupure basés sur des formules mathématiques. Ces formules mathématiques sont fondées sur des considérations statistiques des individus contenus dans chaque classe. Selon la formule que l'on choisit d'adopter on peut calculer un paramètre relatif à chaque classe, appelé paramètre d'inconsistance [76, 167, 169]. Lors de la création du dendrogramme, à chaque fois que l'on crée une nouvelle classe le paramètre d'inconsistance entre le cluster  $r$  et  $s$  est calculé par :

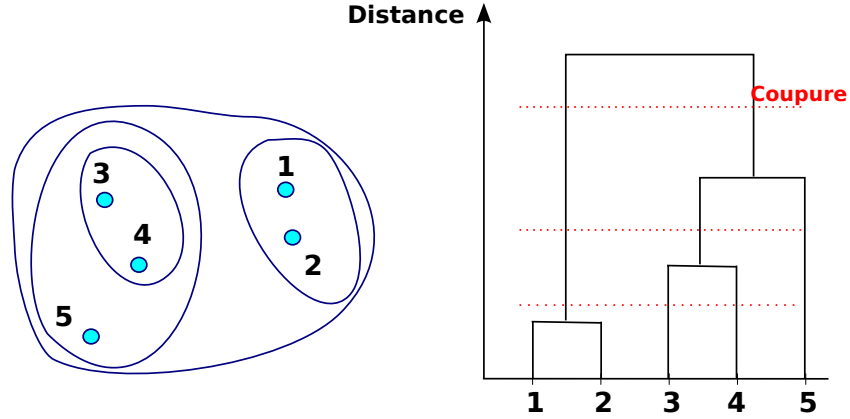
$$\tau_k = \frac{(d(r, s) - \bar{d})}{\sigma_d} \quad (\text{IV.5})$$

où  $\tau_k$  est le paramètre d'inconsistance de la classe  $k$ ,  $\bar{d}$  est la moyenne de toutes les distances interclasses sous-jacentes et  $\sigma_d$  est l'écart type de ces distances. On dispose donc d'une valeur d'inconsistance pour chaque classe formée. La valeur d'inconsistance augmente au fur et à mesure que l'on monte dans le niveau de la classification. Le paramètre d'inconsistance est en quelque sorte une quantification de la pertinence d'une classe.

Ainsi, pour classifier nos données, on peut choisir une valeur seuil du paramètre d'incon-



sistance qui va servir de paramètre de coupure (voir figure IV.32). Ce paramètre devient alors très intéressant car on pourra choisir sa valeur en se basant sur des observations physiques.



**Figure IV.33** – Illustration de la coupure du dendrogramme

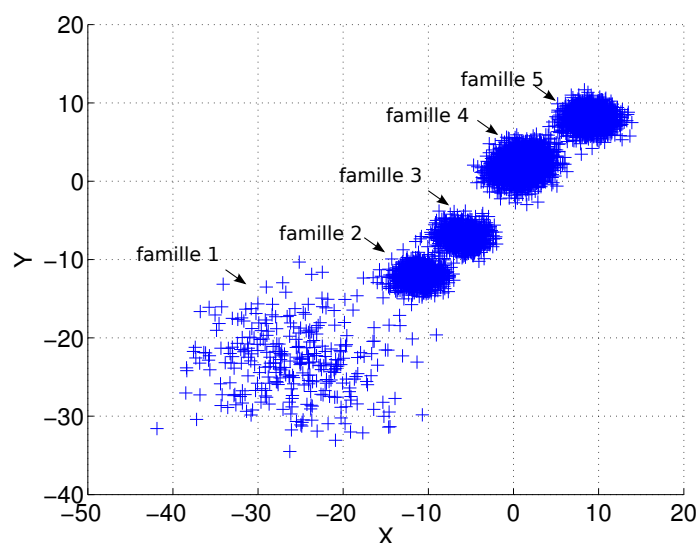
### 3.3.3 Quelques cas test

Pour mieux comprendre comment fonctionne l'algorithme de classification hiérarchique nous montrons ici deux cas simples. Le premier exemple (voir figure IV.34) consiste en des familles de nuages de points réparties dans l'espace. Chacun des nuages est en fait une distribution gaussienne de points dont la densité, la taille et le centre sont des paramètres ajustables. Ces distributions de points sont générées à l'aide de la densité de probabilité :

$$f(\mathbf{x}, \boldsymbol{\mu}, \underline{\Sigma}) = \frac{1}{\sqrt{|\underline{\Sigma}|}(2\pi)^d} \exp\left(-\frac{1}{2}(\mathbf{x} - \boldsymbol{\mu})\underline{\Sigma}^{-1}(\mathbf{x} - \boldsymbol{\mu})\right) \quad (\text{IV.6})$$

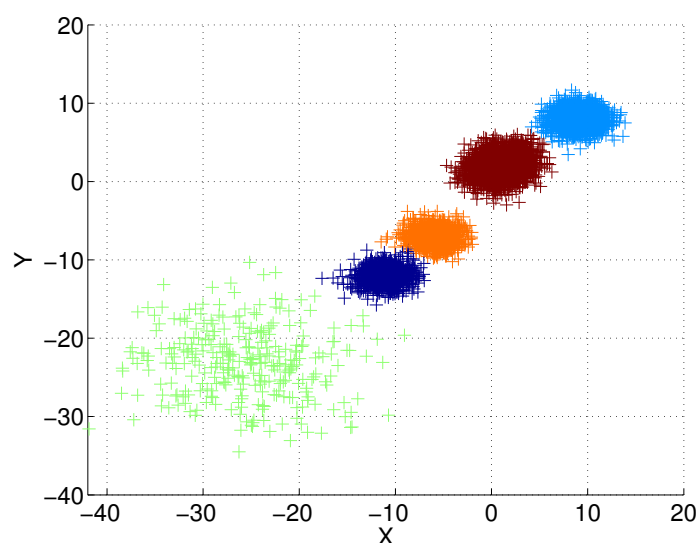
où  $\mathbf{x}$  est l'espace des positions matérielles, le paramètre  $\boldsymbol{\mu}$  est un vecteur qui définit le barycentre de la distribution,  $\underline{\Sigma}$  est la matrice de covariance et  $d$  est la dimension dans laquelle nous travaillons (égale à 2 dans le cas des exemples).

5 familles de points, numérotées de 1 à 5, sont générées (voir figure IV.34). Ces familles particulières de points sont très intéressantes car elles vont nous permettre de voir comment la méthode de la classification hiérarchique gère la différence de taille et de densité. La famille de points 1 est la distribution la moins dense mais a une distribution spatiale plus large. Les familles 2, 3 et 5 ont la même densité et la même taille de distribution spatiale. La famille 4 a la même densité que la famille 5 mais une distribution spatiale plus grande.



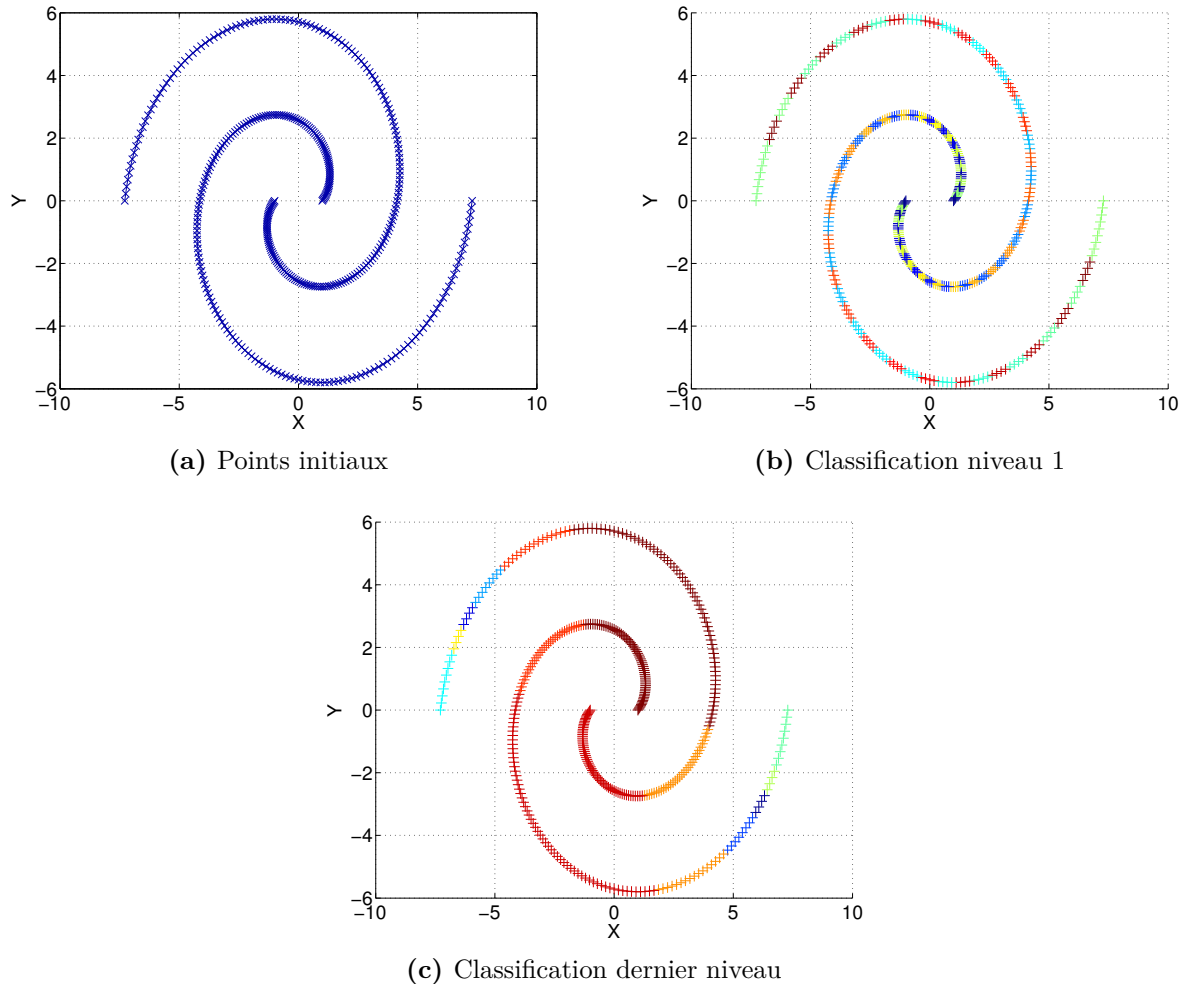
**Figure IV.34** – Nuage de point avec différentes familles de points

Une fois les nuages de points obtenus, on lance l'algorithme de classification hiérarchique sur l'ensemble des points. La méthode de calcul des distances choisie est la pondération. Le paramètre d'inconsistance est utilisé pour déterminer un seuil de coupure. Ce paramètre est mis à jour jusqu'à ce que l'on puisse reconnaître les 5 familles générées initialement. La figure [IV.35](#) montre le résultat obtenu. On peut voir que la méthode de la classification hiérarchique n'a aucun problème à reconnaître les familles initialement générées même quand leurs tailles et densités varient.



**Figure IV.35** – Classification hiérarchique du nuage de points test

Le deuxième exemple concerne le cas de deux ellipses concentriques (voir figure IV.36 (a)). Nous voulons tester ici comment réagit l'algorithme de classification dans le cas où les cellules convexes entourant les familles de points pourraient être enchevêtrées en ne prenant en compte qu'un critère de proximité. Ce qui, dans notre vœu d'identifier des régions singulières, ne serait pas souhaitable. On propose dans les figures IV.36(b) et IV.36(c) la classification pour différents niveaux de coupure. On peut remarquer que bien que les nuages de points soient tortueux les résultats de la classification hiérarchique donnent toujours des familles dont les cellules convexes ne se pénètrent pas.



**Figure IV.36** — Cas de nuages de points sous forme d'ellipses concentriques

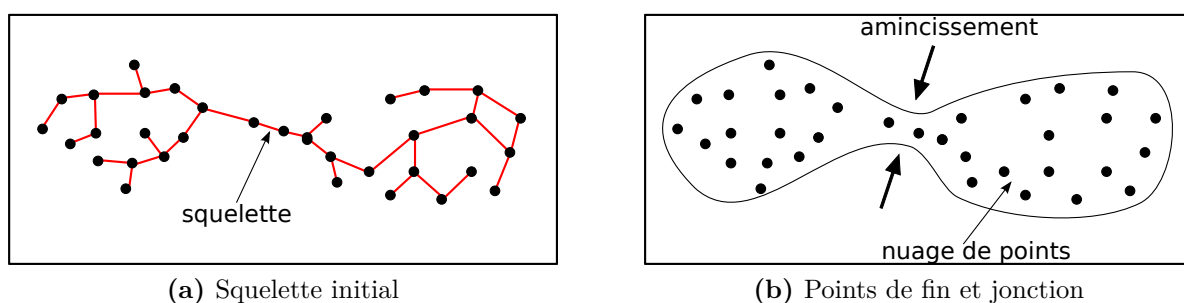
### 3.3.4 Principe de l'application aux particules intermétalliques

Pour appliquer l'algorithme de classification hiérarchique aux particules intermétalliques on se sert de leurs squelettes. Le squelette d'une particule nous donne essentiellement une information sur sa morphologie mais aussi sur son interconnectivité. Cette interconnectivité dans la particule se traduit par la présence de points de fin et de jonctions.

Nous supposons que la densité locale augmente avec le nombre de points de fin et de points de jonction. Dans un volume défini, l'idée est de pouvoir identifier des régions ou familles qui peuvent rendre compte d'une certaine homogénéité sur la répartition spatiale des particules.

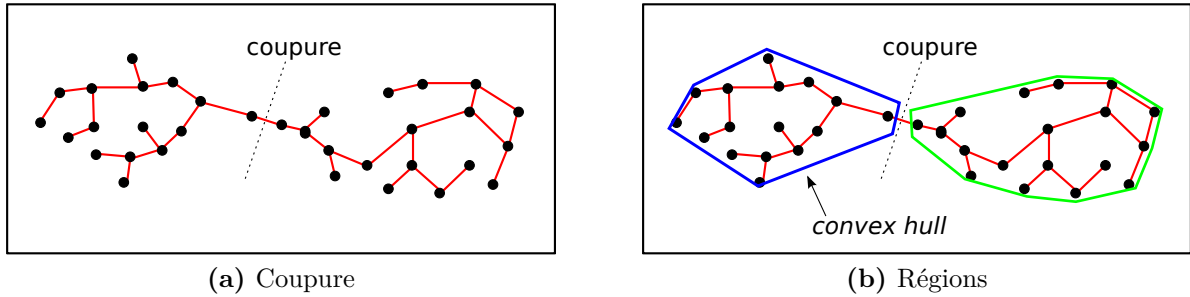
La figure IV.37 montre un exemple schématique d'une particule que l'on veut segmenter en plusieurs régions. On met ici en évidence l'existence de deux parties sur la particule exemple. En effet, quand on observe la forme du nuage (voir figure IV.37(b)) formé par les points de jonction et de fin, on peut observer un amincissement marquant la frontière entre deux régions.

D'un point de vue mécanique la frontière entre les deux régions constitue un point faible car une zone de concentration de contraintes. Car l'inertie des deux autres régions étant bien plus grande.



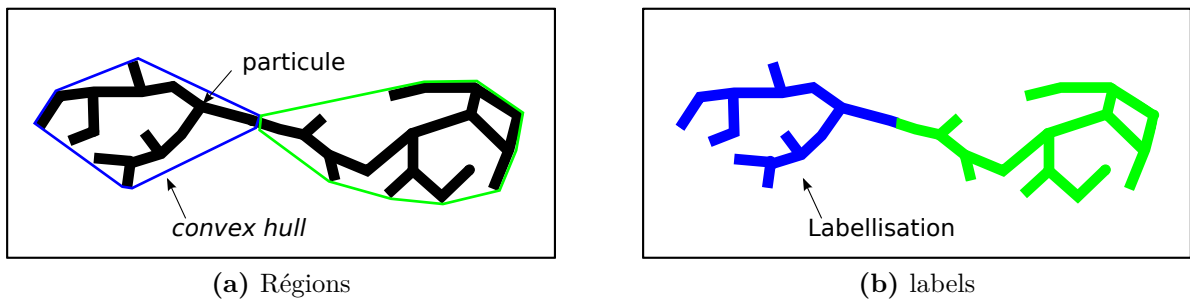
**Figure IV.37** – Exemple schématique de particule intermétallique

La première étape de l'algorithme de classification que nous avons mis en place va consister à définir un paramètre de coupure (voir figure IV.38(a)) permettant de séparer les deux régions en s'aidant de la classification hiérarchique des points. Ensuite les cellules convexes relatives à chacune des régions permettent de les définir mathématiquement (voir figure IV.38(b)).



**Figure IV.38** – Principe de coupure et cission en familles de points

Une fois que les cellules convexes relatives à chacune des régions sont définies mathématiquement, la dernière étape de l'algorithme consiste à labelliser la particule initiale. Pour cela on a mis en place un algorithme de labellisation qui consiste à partir des cellules convexes initiales et à modifier leurs formes pour qu'elles épousent parfaitement la forme de la particule initiale (voir figure IV.39(a) et (b)). On utilise finalement ces régions pour labelliser la particule initiale.



**Figure IV.39** – Principe de la e labellisation des particules intermétalliques

### 3.3.5 Mise en œuvre dans le cas d'une particule simple

Pour mieux comprendre la mise en œuvre de l'algorithme, nous l'appliquons ici à une particule intermétallique qui a une forme simple (voir figure IV.40(a) ). La particule a été choisie pour se rapprocher le plus possible du schéma explicatif de l'algorithme dans la figure IV.37. La figure IV.40(b) et la figure IV.40(c) représentent le squelette de la particule considérée sur lequel sont représentés respectivement les points de fin et de jonction. Le cerveau humain n'a aucune difficulté à distinguer que cette particule est composée essentiellement de deux parties. En effet, on peut observer que les parties haute et basse de la particule sont composées de ramifications caractérisées par la présence de plusieurs points de fin et de jonction.

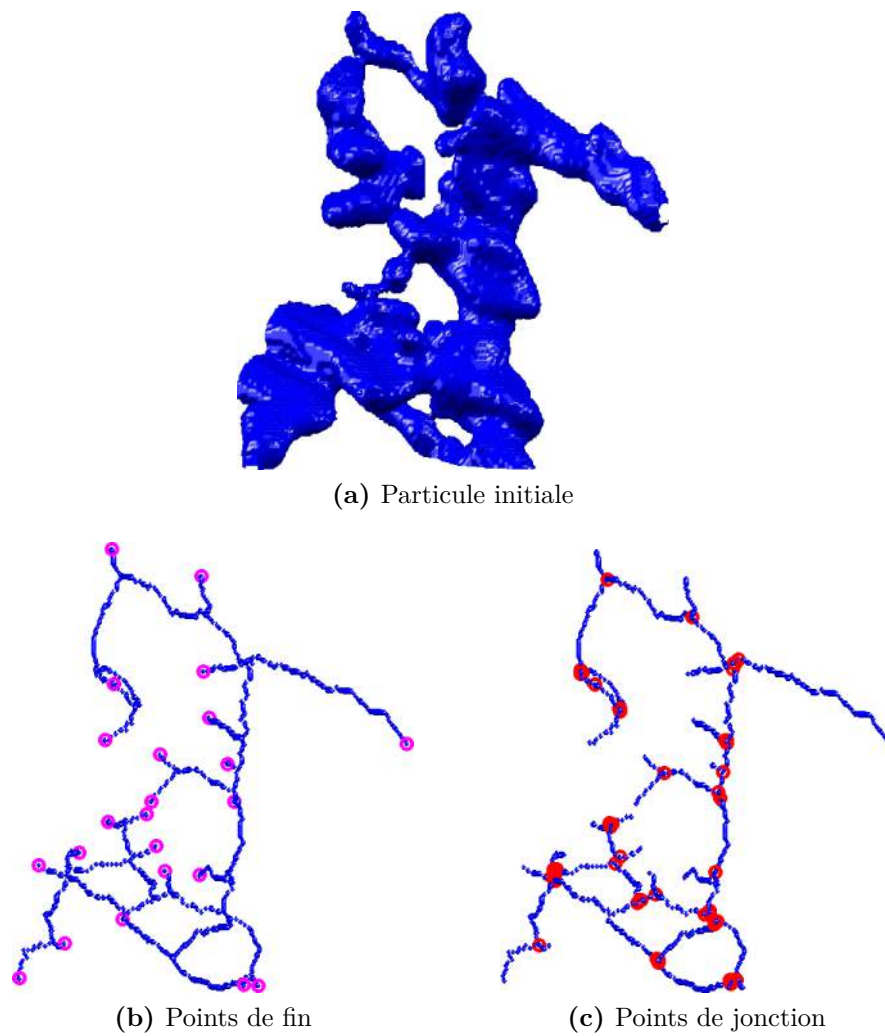
### IV.3 Morphologie et caractérisation spatiale de la microstructure.

---

Les deux parties de cette particule sont reliées entre elles par une seule branche. Dans un premier temps, seul sont considérés les points de fin et de jonction. On utilise alors la classification hiérarchique. En fixant le paramètre de coupure idéal on peut détecter les cellules convexes de chacune de deux parties de la particule, représentées dans la figure IV.41(a). Une fois que les cellules convexes sont détectées la dernière étape consiste à segmenter la particule initiale afin de labelliser chacune des parties présentes.

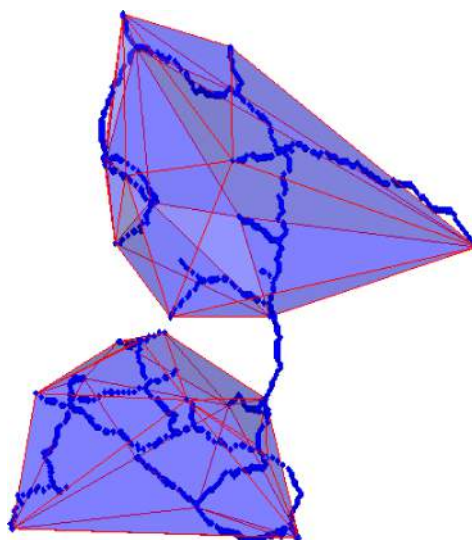
Les cellules convexes définissent les domaines devant contenir chacune des parties de la particule. Initialement définie à l'aide du squelette, la forme des cellules ne permet pas de contenir toute la particule. Des opérations de morphologies mathématiques sont alors réalisées (il s'agit essentiellement de dilatations) pour agrandir les différentes cellules. Une précaution est prise pour que les domaines des cellules ne s'intersectent pas. La figure IV.41(b) et IV.41(c) montre la particule intermétallique labellisée. La figure IV.41(b) contient 3 labels, il s'agit des deux régions hautes et basses plus la région intermédiaire servant de jonction.

La région intermédiaire constitue ici la frontière minimale qui peut séparer les deux autres régions. Un paramètre, inclus dans l'algorithme, permet de fixer sa taille, qui peut être nulle. Ainsi la figure IV.41(c) représente la particule labellisée en omettant la région intermédiaire. Dans ce cas les cellules convexes des régions partagent un plan commun.

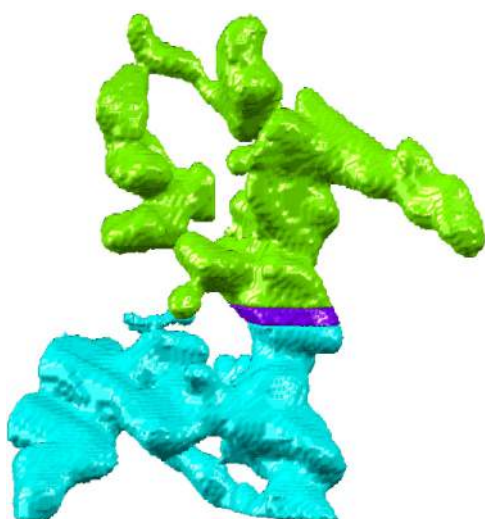


**Figure IV.40** – Particule intermétallique simple choisie pour l'illustration de la mise en œuvre de l'algorithme

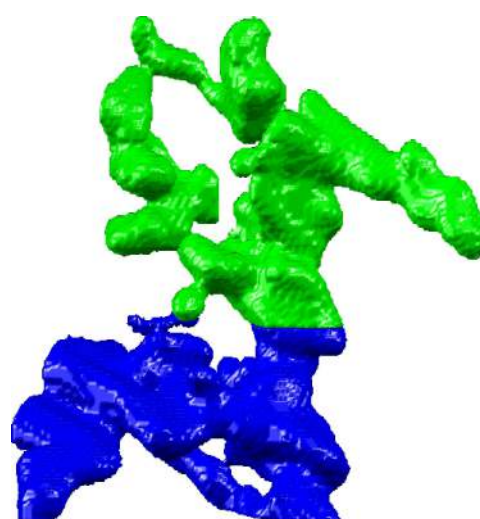




(a) Cellule convexe des amas



(b) Labellisation 1

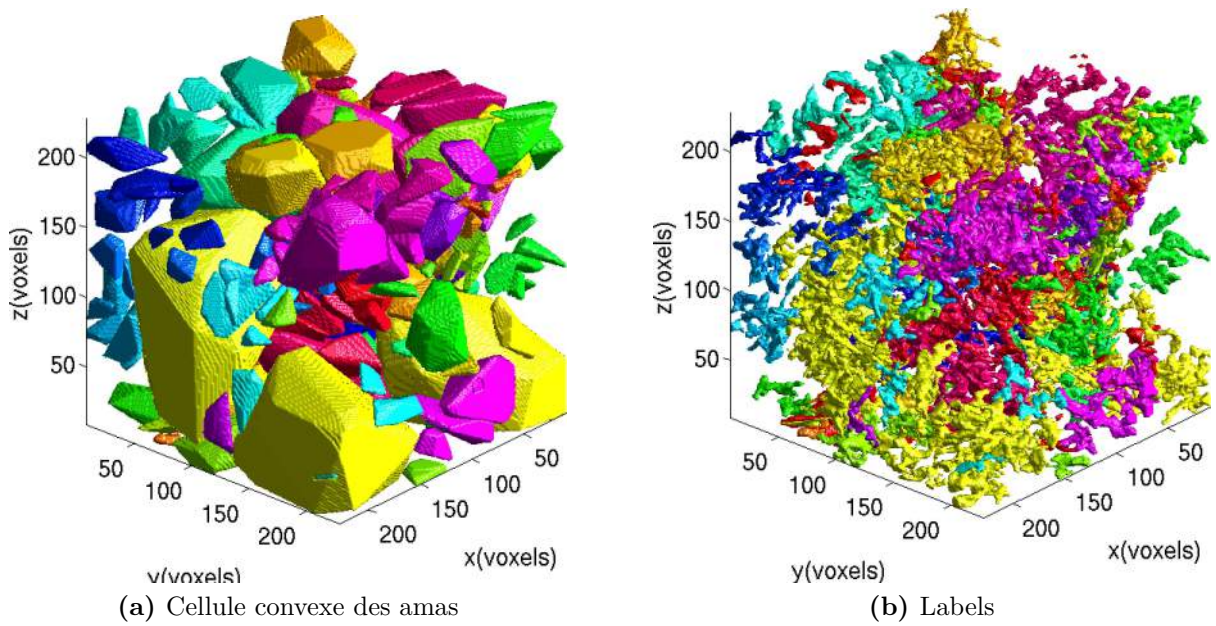


(c) Labellisation 2

**Figure IV.41** – Segmentation de la particule simple par l'algorithme de classification

### 3.3.6 Identification de paramètres microstructuraux

Le but de l'algorithme précédent est d'identifier des lois d'arrangement spatial de la microstructure. Pour cela on applique l'algorithme sur une région de la même taille qu'un VER. Le paramètre d'inconsistance servant à définir les amas de particules intermétalliques a été fixé à sa valeur maximum. C'est à dire juste avant que tous les points dans le volume ne fassent plus partie que d'une seule classe. La figure IV.42(a) représente les cellules convexes identifiées dans une région choisie arbitrairement dans le volume. La figure IV.42(b) représente les particules intermétalliques labellisées en correspondance avec les régions identifiées. Après la labellisation des particules intermétalliques, il est possible d'obtenir une statistique relative à chaque cellule et aussi de la région d'intérêt.



**Figure IV.42** – Résultats de la segmentation des particules intermétalliques dans un VER

Pour cela nous définissons un certain nombre de paramètres :

- $V_{tot}$  : volume totale de la région d'intérêt (ROI)
- $V_{part}$  : volume de particules dans une cellule
- $V_{clust}$  : volume d'une cellule.

On définit la fraction volumique de particules intermétalliques  $f_{clust}$  contenues dans une cellule par :

$$f_{clust} = \frac{V_{part}}{V_{clust}} \quad (IV.7)$$

### IV.3 Morphologie et caractérisation spatiale de la microstructure.

---

Le volume qu'occupent les cellules convexes dans la région d'intérêt est définie par :

$$V_{totclust} = \sum_i^n V_{clust}^i \quad (IV.8)$$

où  $n$  est le nombre de cellules et  $V_{totclust}$  est le volume total des cellules dans la région d'intérêt. Le volume qu'occupent les particules intermétalliques  $V_{totpart}$  dans le volume est défini par :

$$V_{totpart} = \sum_i^n f_{clust}^i V_{clust}^i \quad (IV.9)$$

La fraction volumique de particules intermétalliques dans la région d'intérêt est définie par :

$$f_{part} = \frac{V_{totpart}}{V_{tot}} \quad (IV.10)$$

La fraction volumique totale des cellules dans la région d'intérêt est définie par :

$$f_{V_{totclust}} = \frac{V_{totclust}}{V_{tot}} \quad (IV.11)$$

Par ailleurs on écrit aussi :

$$f_{cump}^i = \sum_{k=1}^i \frac{f_{clust}^k V_{clust}^k}{V_{totpart}} \quad (IV.12)$$

où  $f_{cump}^i$  est la fraction volumique cumulée des particules intermétalliques normalisée par le volume totale de particules intermétalliques.

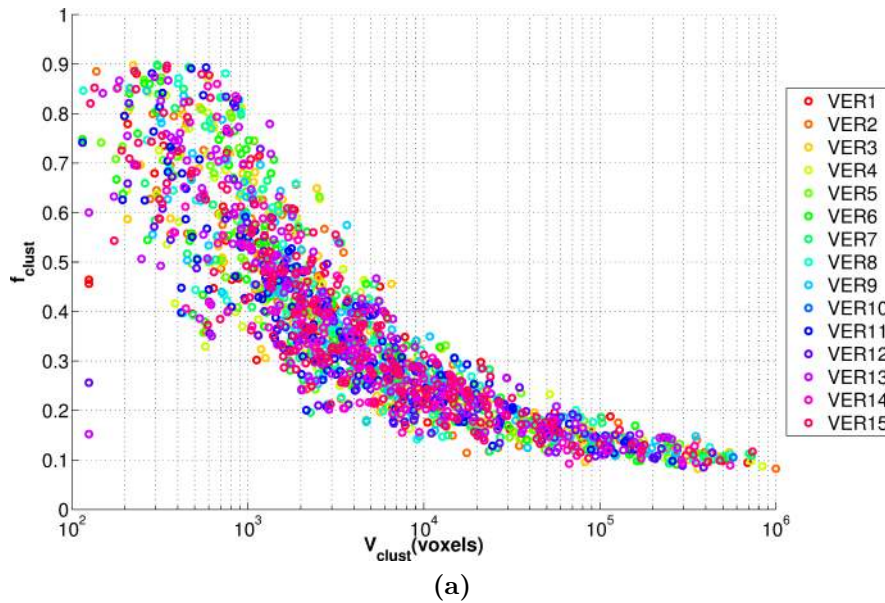
$$f_{cumv}^i = \sum_{k=1}^i \frac{V_{clust}^k}{V_{tot}} \quad (IV.13)$$

où  $f_{cumv}^i$  est la fraction volumique cumulée des clusters normalisée par le volume de la ROI.

La figure IV.43 représente l'évolution de la fraction volumique des particules contenues dans une cellule en fonction du volume des cellules identifiées. Pour atteindre le plus possible une représentativité statistique, 15 volumes de la taille d'un VER ont été choisis. La courbe obtenue évolue en inverse du logarithme. En effet, on peut voir que la fraction volumique de particules contenues dans les cellules décroît très rapidement avec la taille des cellules. Cependant, pour de grandes tailles de cellules (volume  $>10^4$  voxels, soit un cube d'environ 30  $\mu\text{m}$  de côté) la

variation de la fraction volumique semble s'estomper, elle tend vers une limite de 10 % environ. Ce résultat est très intéressant, car il montre l'efficacité de la méthode à identifier des régions de la microstructure où la répartition des particules est homogène.

Par ailleurs, on peut voir que pour de petites cellules (volume  $< 10^4$  voxels), la valeur des fractions volumiques calculées est très dispersées avec des écarts-types de l'ordre de 0.3. Ces résultats ne sont évidemment pas exploitables, car trop affectés par le bruit qui provient essentiellement de l'imagerie.



**Figure IV.43** – Evolution de la fraction volumique de particule dans un cluster en fonction du volume du cluster

La figure IV.44 représente la distribution de la fraction volumique de cellules obtenue pour les 15 régions considérées. On peut observer que la répartition est de type gaussien avec une moyenne à 0.45 et un écart type de 0.05. La fraction volumique de cellule ( $f_{V_{totclust}}$ ) n'est pas constante et varie légèrement en fonction de la microstructure locale.

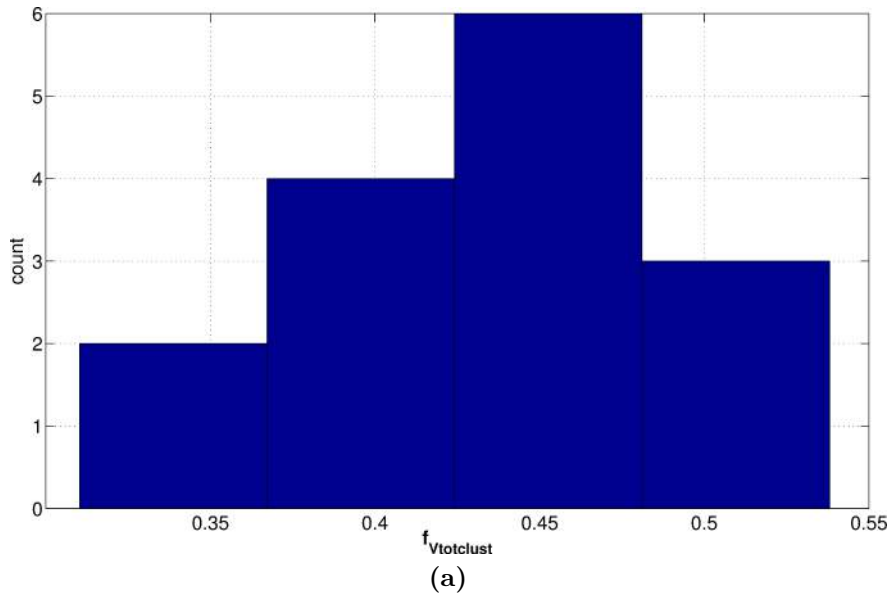
La figure IV.45 représente la fraction volumique cumulée des particules intermétalliques (voir equation (IV.12)) en fonction du volume des cellules identifiées. Cette courbe montre que les petites cellules (volume  $< 10^4$  voxels) contiennent moins de 20% de la totalité des particules intermétalliques présentes dans le volume.

### IV.3 Morphologie et caractérisation spatiale de la microstructure.

La figure IV.46 représente la fraction volumique cumulée des cellules dans la région considérée (voir équation (IV.13)) en fonction du volume des cellules. On peut voir que la fraction volumique des petites cellules est de l'ordre 0.03 alors que la fraction volumique totale des clusters est en moyenne de 0.45. Le volume des petites cellules peut être considéré comme négligeable comparé au volume des grandes cellules.

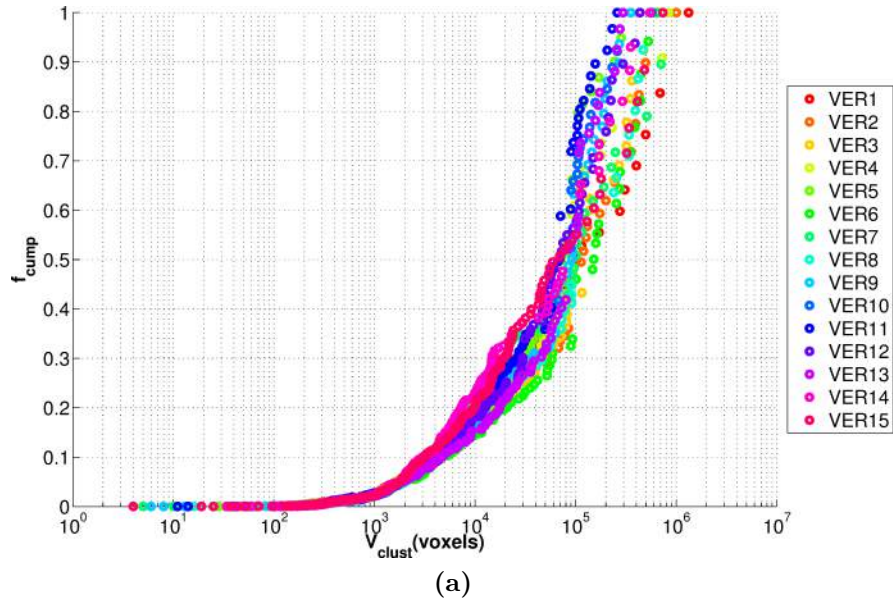
Par ailleurs d'autres paramètres relatifs aux cellules peuvent être mesurés en vue d'enrichir la description de la microstructure. La figure IV.47 représente le nombre de points de jonction en fonction du volume des cellules qui les contiennent. On peut observer que le nombre de points de jonction augmente linéairement avec le volume de la cellule.

La figure IV.48 représente le rapport entre le nombre de points de jonction et le nombre total de points dans la cellule en fonction du volume de la cellule. On peut observer que la moyenne de ce rapport vaut 0.6. L'écart type autour de cette valeur est presque nul pour les grandes cellules alors qu'il devient de plus en plus important quand le volume de la cellule diminue.

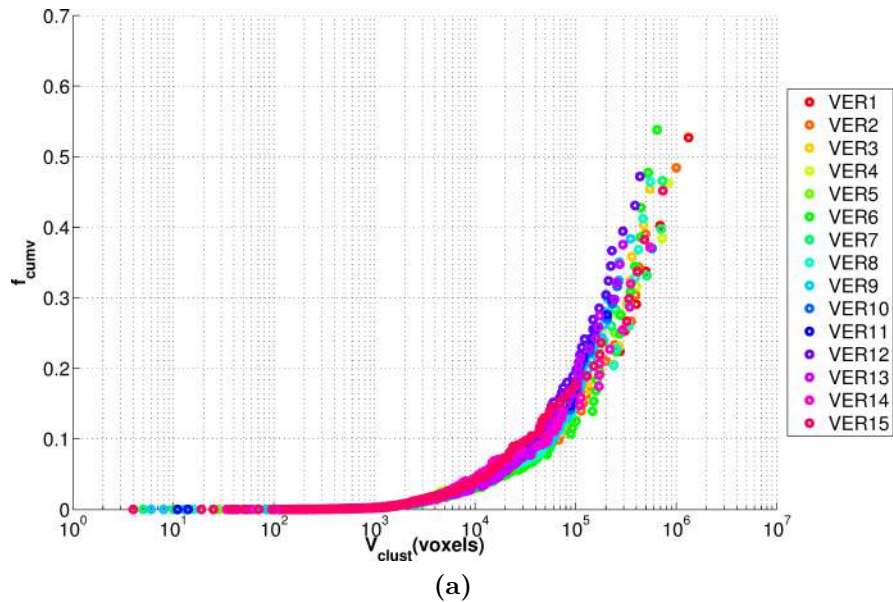


**Figure IV.44** – Histogramme des fractions volumiques de cluster obtenues pour les quinze réalisations



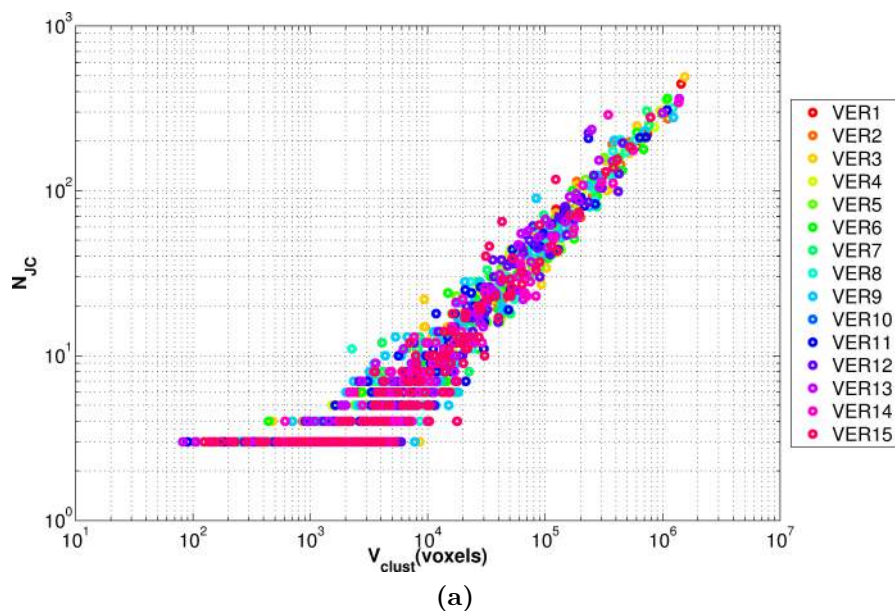


**Figure IV.45** – Evolution de la fraction volumique cumulée de particules intermétalliques en fonction du volume de cluster

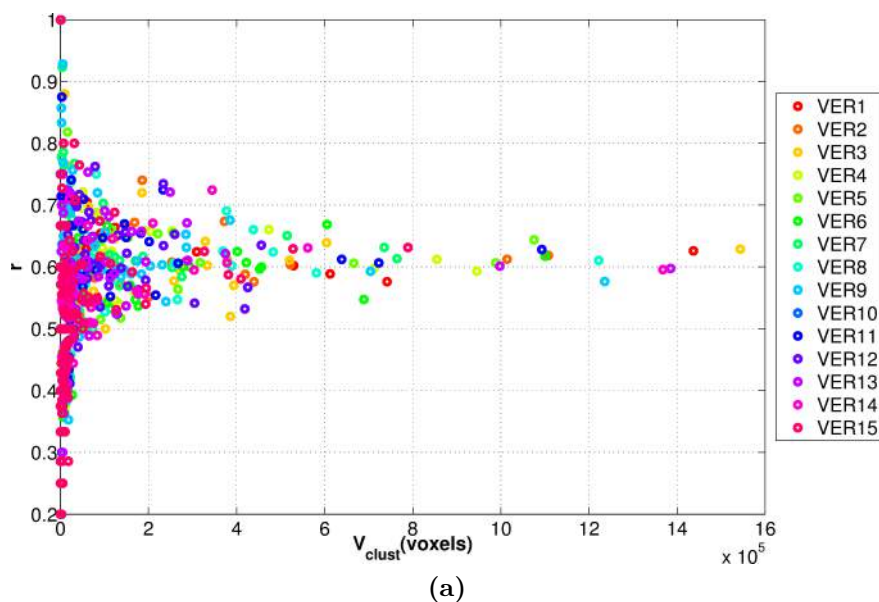


**Figure IV.46** – Evolution de la fraction volumique cumulée des clusters en fonction des volumes des clusters

### IV.3 Morphologie et caractérisation spatiale de la microstructure.



**Figure IV.47** – Evolution du nombre de points de jonction en fonction des volumes des clusters



**Figure IV.48** – Evolution du rapport du nombre de points de jonction en fonction des volumes des clusters :  $r = (\text{Nombre de points de jonction}) / (\text{nombre total de points})$



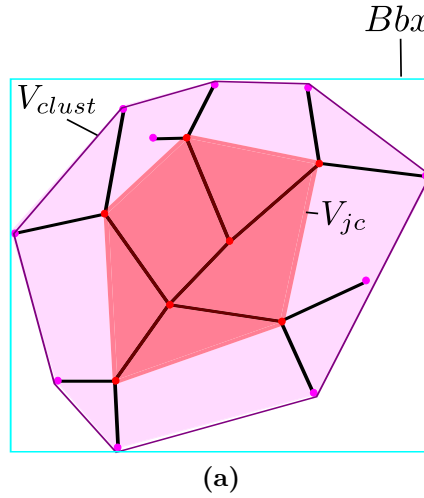
Afin d'améliorer la description des cellules deux autres paramètres sont introduits :

- $V_{jc}$  : volume de la cellule entourant que les points de jonction
- $r_{bbx}$  : rayon apparent du rectangle limite entourant la cellule

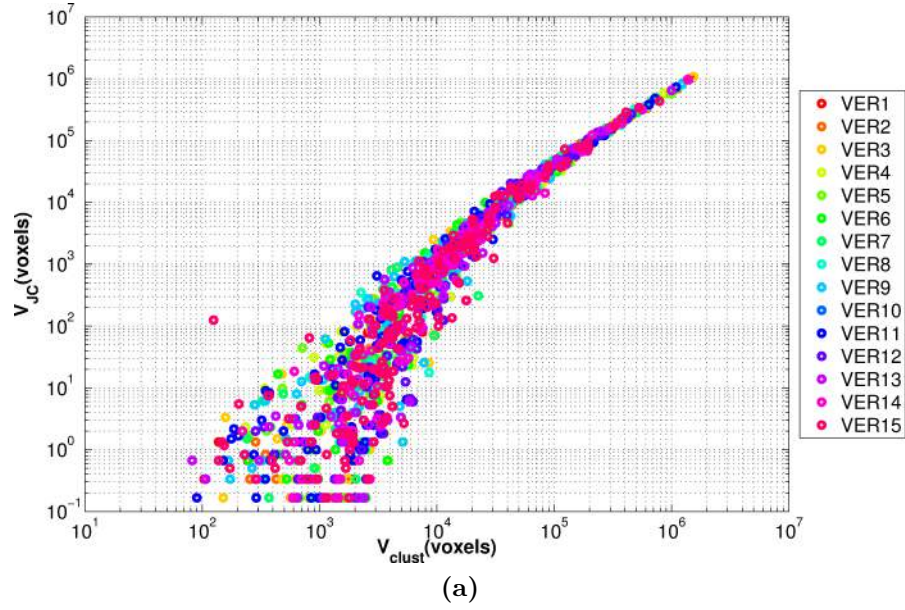
Pour une meilleure compréhension de la signification de ces paramètres, la figure IV.49 schématise en 2D le cas d'une cellule contenant une particule.

La figure IV.50 montre l'évolution du volume contenant les points de fin de la cellule  $V_{jc}$  en fonction de l'évolution du volume de la cellule. On peut observer que  $V_{jc}$  évolue linéairement avec le volume total de la cellule.

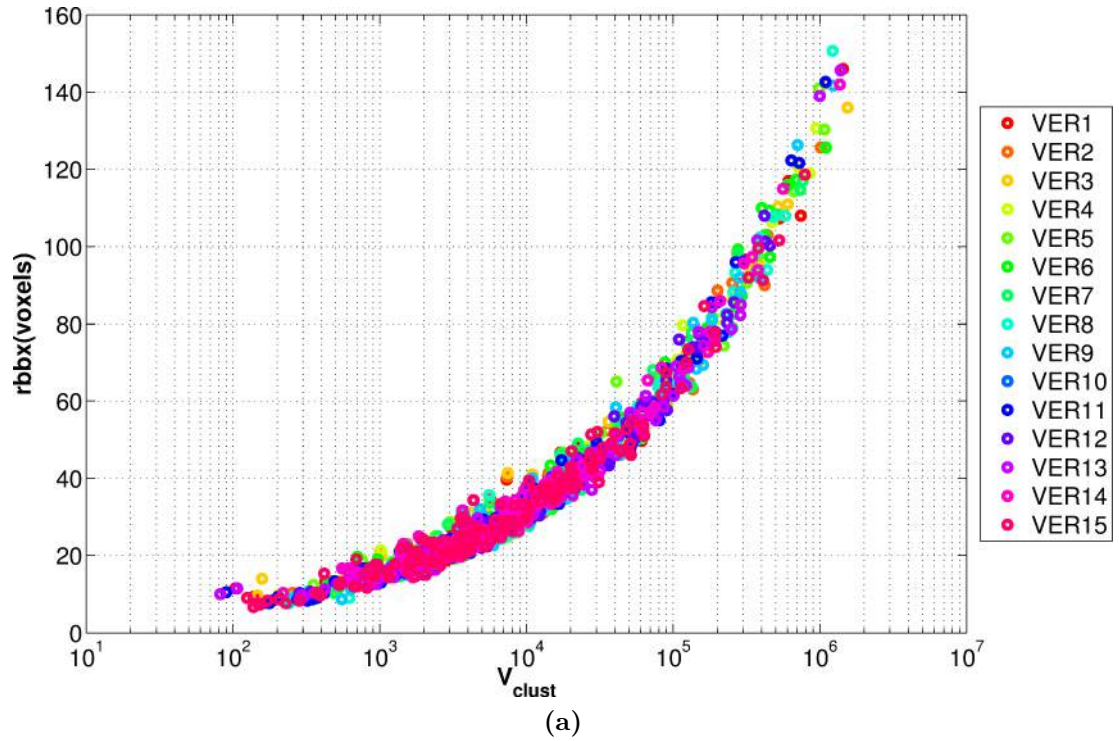
La figure IV.51 représente l'évolution du rayon apparent du rectangle limite  $r_{bbx}$  en fonction du volume de la cellule.



**Figure IV.49** – Schématisation de la configuration choisie pour la description d'une cellule : Les points de jonction sont représentés en rouge et les points de fin sont représentés en violet. ( $Bbx$ ) représente le volume rectangle limite entourant la cellule, ( $V_{clust}$ ) est le volume totale de la cellule et ( $V_{jc}$ ) est le volume contenant que les points de jonction



**Figure IV.50** – Evolution du volume contenant les points de jonction en fonction du volume des clusters



**Figure IV.51** – Evolution du rayon apparent du rectangle limite en fonction du volume des clusters

## 4 Génération de microstructures modèles

A l'aide de l'algorithme de caractérisation de la microstructure, des paramètres relatifs à la morphologie et la distribution des particules intermétalliques ont pu être mesurés. Dans cette partie nous allons essentiellement décrire l'algorithme de génération de particules intermétalliques se rapprochant le plus possible des particules réelles, le but étant ensuite de pouvoir identifier une loi de comportement locale relative à la taille de la région considérée. Nous reviendrons sur ce point par la suite.

### 4.1 Paramètres retenus

Les paramètres statistiques qui ont pu être mesurés grâce à l'algorithme de caractérisation morphologique nous donnent assez d'informations pour décrire précisément l'architecture des particules intermétalliques. Pour générer des particules modèles la prise en compte de la totalité des caractéristiques microstructurales des particules réelles est très difficile principalement du point de vue algorithmique. Cependant certains paramètres sont beaucoup plus importants que d'autres du point de vue mécanique. Pour la mise en place de l'algorithme de génération de particules modèles, nous choisissons de donner une importance de premier ordre à un certain nombre de paramètres. Ces choix sont motivés par une justification mécanique essentiellement. Le but de l'algorithme est de pouvoir générer une particule modèle qui serait contenue dans une cellule donnée dont on connaît le volume.

Pour définir cette cellule et la particule qu'elle contient nous choisissons les paramètres suivant :

- Le volume de la cellule  $V_{clust}$  doit être compris dans l'ordre de grandeur des valeurs mesurées expérimentalement.
- Le volume dans la cellule entourant les points de jonction  $V_{jc}$  doit garder le même rapport (mesuré) par rapport au volume totale de la cellule.
- Le rayon apparent du rectangle limite  $r_{bbx}$  entourant la cellule doit être de la même valeur que celle mesurée pour une taille de cellule donnée.
- La fraction volumique de particules contenues dans la cellule doit garder la même loi d'évolution par rapport au volume de la cellule.
- La particule modèle doit avoir la même épaisseur moyenne que les particules réelles.
- La particule modèle doit avoir le même nombre de points de fin et de jonction que la particule réelle.
- La répartition spatiale des points de fin et de jonction doit respecter le maximum d'in-

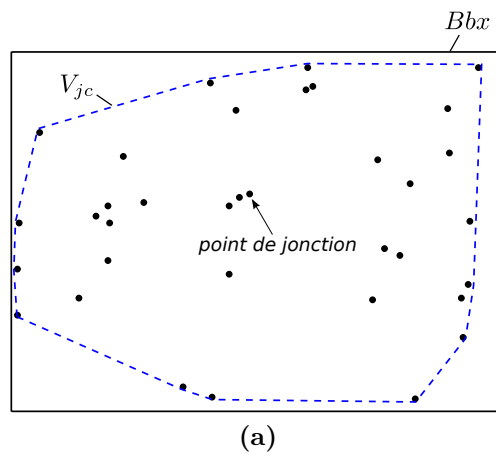
consistance qui a servi de paramètre de coupure.

- Le rapport entre points de fin et points de jonction qui définit le degré d'interconnectivité de la particule doit être respecté.

## 4.2 Description de l'algorithme de génération de microstructures modèles

Nous décrivons sous forme de schémas, les différentes étapes de l'algorithme de génération de particule modèle. Pour des raisons pédagogiques, tous les schémas sont représentés en 2D bien que les particules soient générées en 3D.

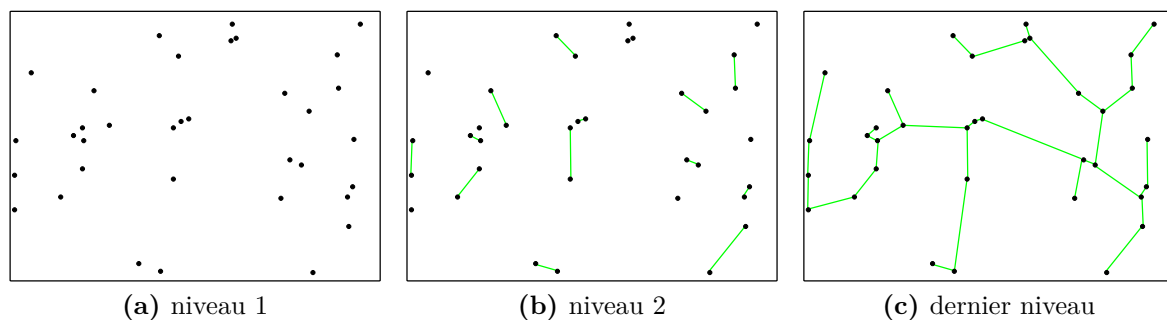
Le paramètre d'entrée de l'algorithme est le volume de la cellule contenant la particule que l'on souhaite générer. En fonction du volume de la cellule on peut avoir accès à tous les autres paramètres retenus. La première étape de l'algorithme consiste à générer un espace qui a la forme d'un polygone contenant les points de jonction de la particule. Le volume de cet espace ayant la contrainte d'être en accord avec les valeurs mesurées. La génération des points de jonction à l'intérieur de cet espace se fait de manière aléatoire mais leur répartition spatiale doit vérifier le paramètre d'inconsistance. Une classification hiérarchique des points de jonction est donc réalisée. Ce polygone est entouré d'un rectangle limite dont le rayon apparent respecte les valeurs expérimentales. La figure IV.53 montre comment sont paramétrés ces différentes régions.



**Figure IV.52** — Génération de l'espace initial contenant les points de jonction de la particule :  $(Bbx)$  désigne le rectangle limite,  $(V_{jc})$  le volume contenant les points de jonction

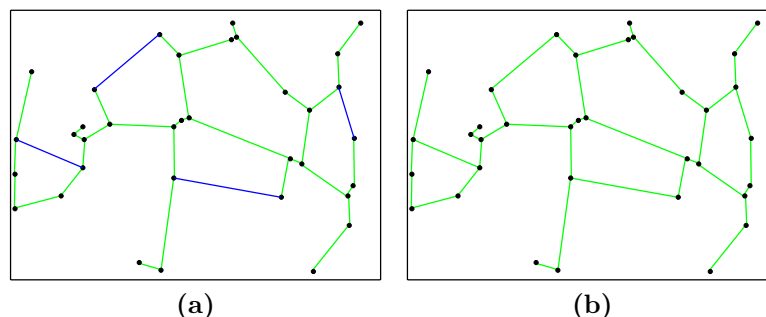
L'étape suivante consiste à relier les points de jonction entre eux. Plusieurs choix sont possibles quand à la manière de relier les points entre eux. Dans notre cas, nous décidons

d'utiliser le dendrogramme. En effet, le dendrogramme nous donne un ordre de proximité des points les uns par rapport aux autres. L'hypothèse que nous faisons ici est que, plus les points sont proches entre eux, plus ils ont la chance d'être reliés par une branche. En parcourant le dendrogramme du plus bas niveau au plus haut, les points de jonction sont reliés entre eux par un critère de distance minimale. Les points de jonction sont soumis à la contrainte de ne pouvoir avoir que trois connexions au maximum. Lorsque le niveau supérieur du dendrogramme est atteint tous les points ont au moins une connexion avec un autre point.



**Figure IV.53** — Principe de la connexion des points de jonction entre eux : *Au premier niveau du dendrogramme on observe les points individuels, au deuxième niveau on relie les points les plus proches, au dernier niveau du dendrogramme tous les points sont reliés entre eux.*

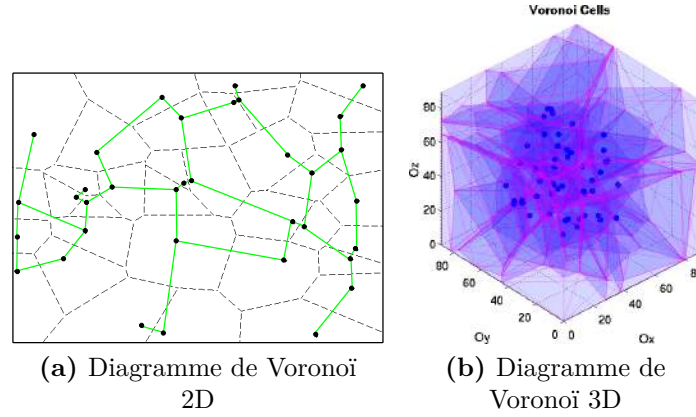
Une fois que tous les points de jonction sont reliés entre eux, il arrive que certains points de jonction n'aient qu'une ou deux connexions. Or, un point de jonction doit avoir au minimum 3 connexions avec ses voisins. Ainsi, pour garder le bon rapport entre le nombre de points de jonction et le nombre total de points, des connexions supplémentaires sont ajoutées (voir figure IV.54). On choisit ainsi les points qui n'ont qu'une ou deux connexions et on les relie au point le plus proche ayant le même nombre de connexions.



**Figure IV.54** — Principe d'ajout des connexions supplémentaires : *Les connexions coloriées en bleu sont les connexions qui ont été rajoutées.*

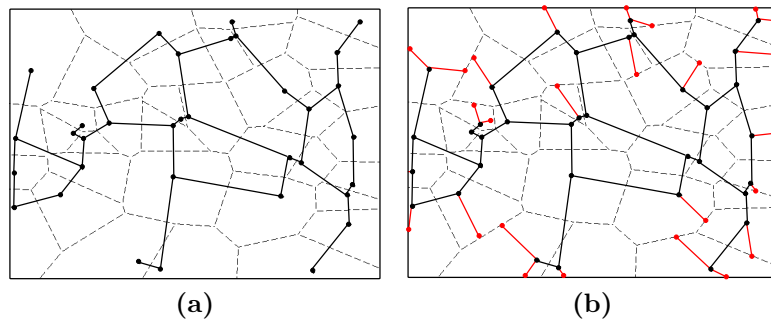
L'une des dernières étapes est d'introduire les points de fin. Pour cela il faut contourner

une difficulté. En effet, il faut veiller à ce que, quand on introduit ces nouveaux points, leurs connexions n'intersectent pas les connexions déjà présentes. Pour cela nous utilisons un diagramme de Voronoï (voir figure IV.55). Le diagramme de Voronoï a la particularité de définir une région autour de chaque point de jonction dans lequel aucun autre point n'est présent. On garantit ainsi que toutes les connexions créées ne s'intersectent pas.



**Figure IV.55** – Tesselation de Voronoï avec comme base les points de jonction

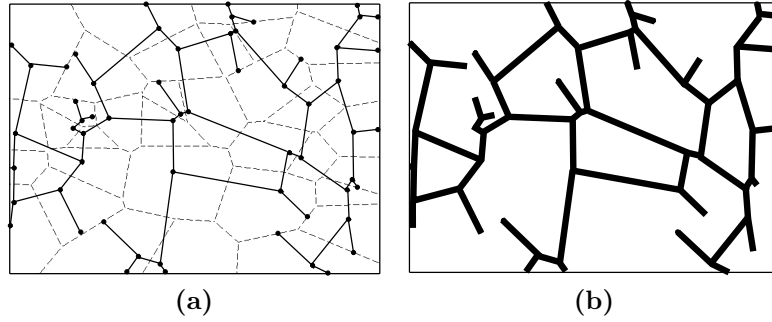
Une fois le diagramme de Voronoï obtenu, on introduit les points de fin un par un. Pour cela on parcourt tous les points de jonction ayant juste une ou deux connexions. Les points de jonction ayant juste une connexion doivent être liés à deux points de fin. Les points de jonction ayant deux connexions doivent être liés à un seul point de fin. Les points de fin sont choisies sur les lignes délimitant les cellules de Voronoï (voir figure IV.56). La longueur des connexions est choisie pour vérifier la loi de distribution mesurée expérimentalement.



**Figure IV.56** – Principe de génération des points de fin

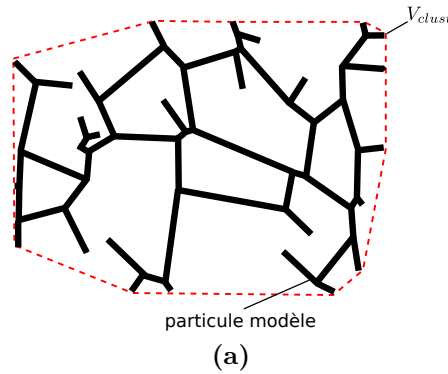
Une fois que les points de fin sont tous connectés, la formation du squelette de la particule modèle est complètement achevée. La particule modèle finale est obtenue en dilatant son squelette. Cette opération est réalisée à l'aide d'un élément structurant sphérique dont le rayon sert

à fixer l'épaisseur (voir figure IV.62) de la particule finale que l'on souhaite obtenir. On fixe le rayon de la sphère pour que l'épaisseur de la particule modèle soit égale à l'épaisseur moyenne mesurée expérimentalement (voir figure IV.57).



**Figure IV.57** – Principe d'obtention de la particule finale par dilatation

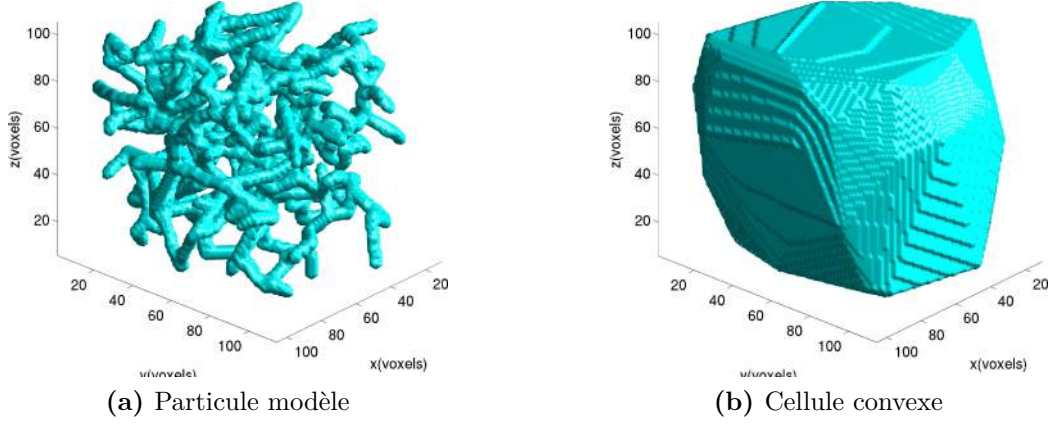
La dernière étape de l'algorithme consiste à définir la cellule convexe autour de la particule modèle  $V_{clust}$ . La région définie par la cellule convexe de la particule servira pour les calculs d'homogénéisation qui seront détaillés plus loin.



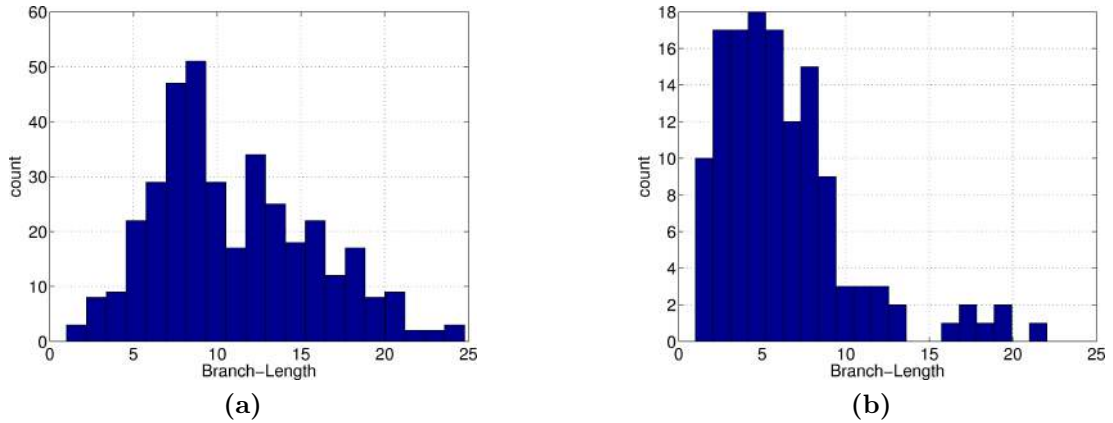
**Figure IV.58** – Particule modèle finale avec sa cellule convexe

La figure IV.59 montre un exemple de particule générée en 3D. La figure IV.60(a) représente l'histogramme de la longueur des branches reliant que les points de jonction, et la figure IV.60(b) représente l'histogramme de ceux reliant les points de fin.





**Figure IV.59** – Exemple de particule modèle générée avec sa cellule convexe correspondante.



**Figure IV.60** – Longueur des branches reliant les points de jonction (a) et les points de fin (b)

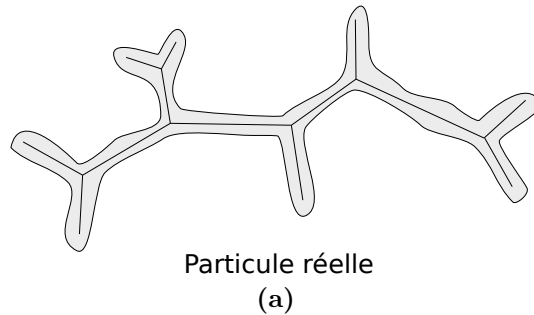
### 4.3 Validation du modèle morphologique.

Nous allons tester la validité du modèle morphologique que nous avons proposé pour se rapprocher le plus possible des particules intermétalliques réelles.

#### 4.3.1 Effet de la variation d'épaisseur sur le comportement effectif

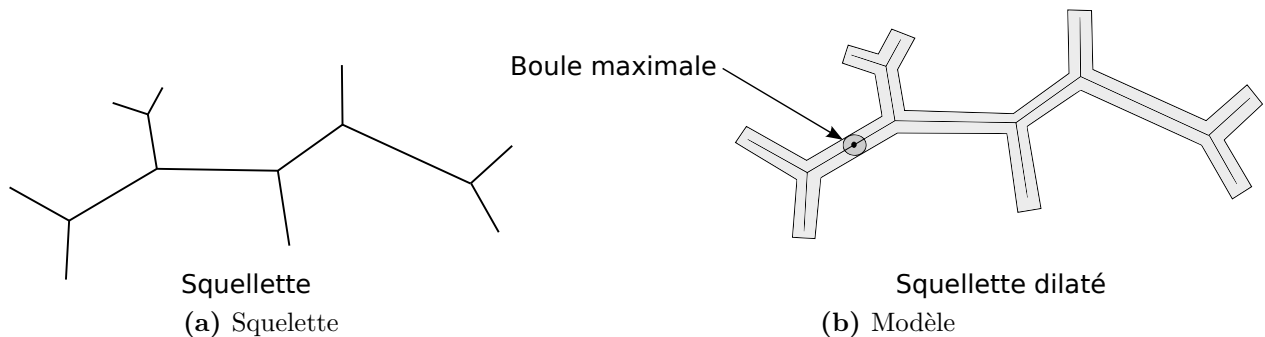
Avant d'aller plus loin dans la comparaison entre le modèle morphologique et les particules réelles, nous voulons d'abord vérifier l'impact de la simplification que nous avons adoptée concernant la section des particules modèles. En effet, on peut observer dans la figure IV.23 que l'épaisseur des particules intermétalliques réelles n'est pas constante. La figure IV.61 montre un exemple de particule ayant des épaisseurs variables. La démarche que nous adoptons ici

consiste à vérifier si le comportement effectif du matériau est modifié si l'on rendait la section des particules intermétalliques constantes.



**Figure IV.61** – Particule initiale avec des épaisseurs variables

Pour cela on commence par déterminer le squelette de la particule initiale (voir figure IV.62). A partir du squelette de la particule on peut obtenir une particule modèle en faisant une opération de dilatation. La dilatation est réalisée à l'aide d'un élément structurant de forme sphérique dont le diamètre est égal à la valeur de l'épaisseur moyenne que l'on souhaite avoir.



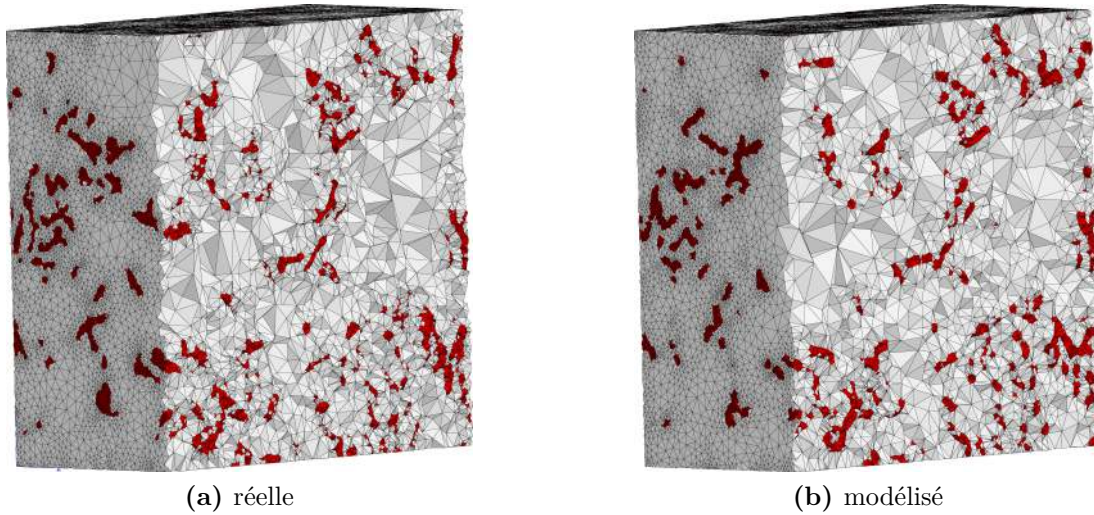
**Figure IV.62** – Moélisation de la paricule initiale par dilatation du squelette

La figure IV.63 montre une coupe d'un volume maillé ayant la taille d'un VER. La figure IV.63 (a) représente le maillage de la microstructure réelle et la figure IV.63 (b) représente le maillage de la microstructure avec des particules à section constante. On peut observer que l'opération de dilatation reproduit assez fidèlement la microstructure initiale.

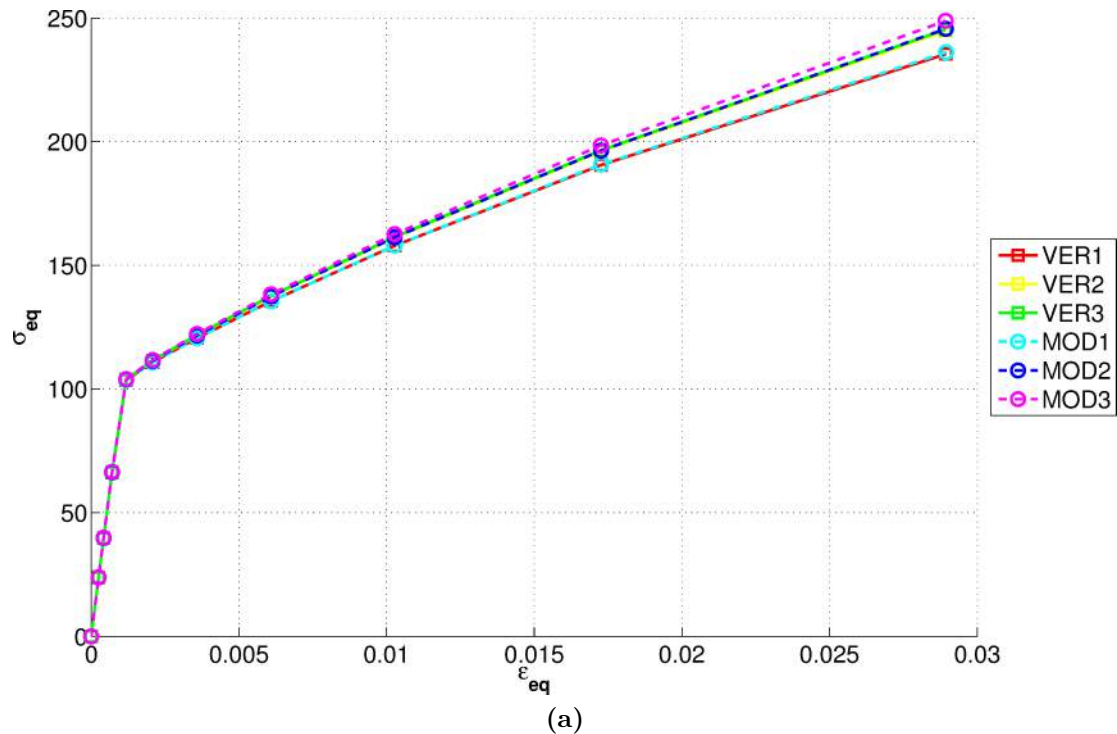
On reprend ici les trois réalisations de maillages qui ont été utilisées dans la figure IV.12. Pour chaque réalisation de maillage sa version modélisée est réalisée. On a donc au total six réalisations de maillage. La figure IV.64 montre les comportements effectifs obtenus pour l'ensemble des réalisations. On peut observer que le comportement effectif de la microstructure

#### IV.4 Génération de microstructures modèles

modèle se superpose parfaitement à la microstructure réelle. Les variations d'épaisseurs locales ne jouent donc pas un grand rôle sur le comportement effectif du matériau.



**Figure IV.63** – Comparaison entre microstructure réelle et modélisée :



**Figure IV.64** – Courbes de comportements effectifs obtenues pour les microstructures modélisées et réelles. *VER1*, *VER2* et *VER3* représentent les maillages des microstructures réelles. *MOD1*, *MOD2* et *MOD3* représentent les maillages des microstructures modèles respectives.

### 4.3.2 Comparaison du comportement mécanique de la particule modèle générée et particule réelle

Nous voulons ici tester la validité du modèle morphologique que nous avons proposé pour décrire les particules réelles. Pour cela nous voulons vérifier si le comportement effectif d'une cellule contenant une particule modèle est le même qu'une cellule contenant une particule réelle.

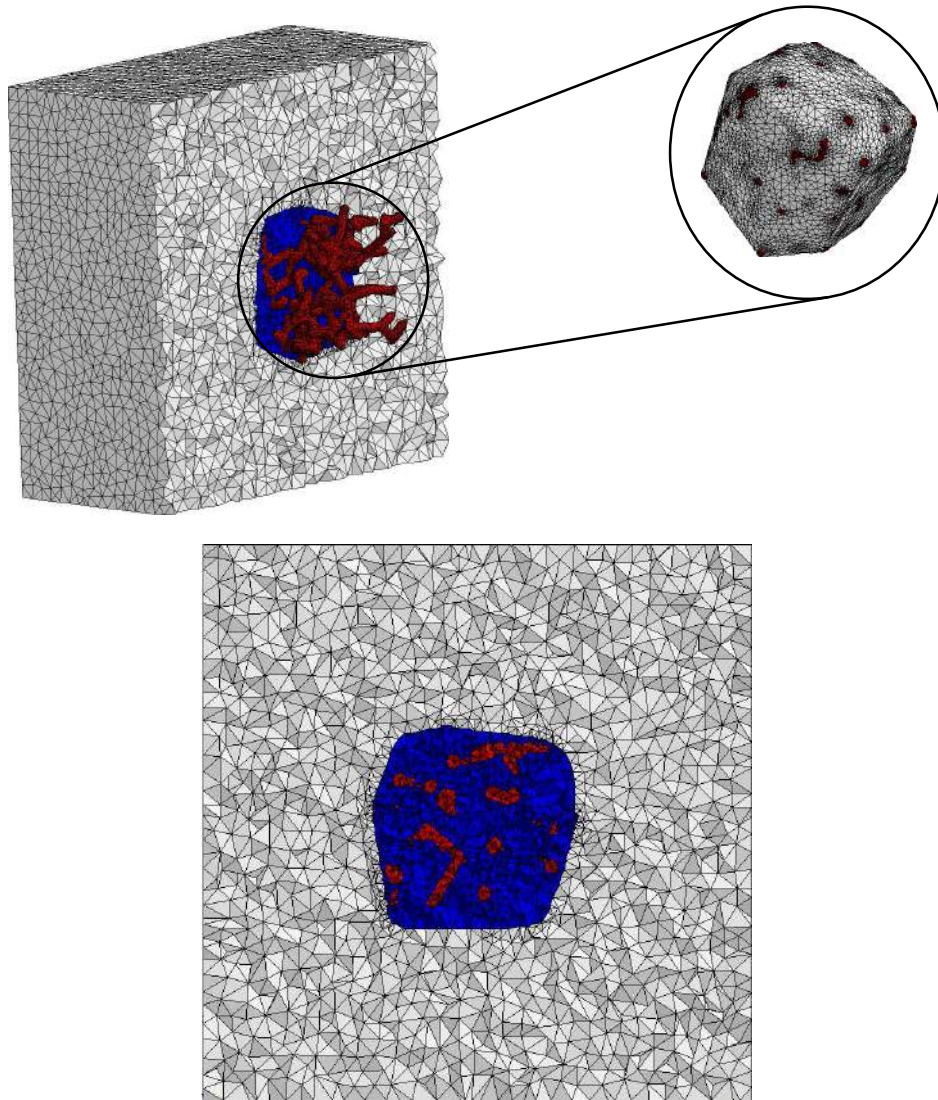
La méthode choisie est de récupérer une cellule dans une région étudiée contenant une particule intermétallique. Grâce aux mesures statistiques on connaît le volume de la cellule, la fraction volumique de particules qu'elle contient ainsi que des paramètres relatifs à sa morphologie .

Une fois que l'on a récupéré ces paramètres on génère une particule modèle correspondante à la particule réelle. Puis on procède à l'étape du maillage à l'aide de Iso2mesh. La stratégie de calcul que nous adoptons est de noyer chacune des deux cellules dans une matrice infinie (très grande). L'idée étant par la suite, de comparer le comportement homogénéisé des cellules, on maille les particules mais aussi leurs cellules convexes. On crée ainsi 3 régions dans le maillage global , dans la figure IV.65. La région en gris correspond à la matrice environnante, la région en bleu correspond à la cellule convexe de la particule et en rouge est représenté la particule intermétallique.

Une déformation selon l'axe verticale est alors imposée à l'ensemble, des conditions aux limites périodiques sont imposées sur les faces latérales du volume. A chaque incrément de déformation on calcule la contrainte et la déformation équivalente dans les cellules. La figure IV.66 montre la déformation plastique cumulée sur une section dans le volume. On peut ainsi voir que l'écoulement plastique contourne la particule intermétallique. Ceci est en accord avec toutes les observations expérimentales et numériques que nous avons faites jusque-là.

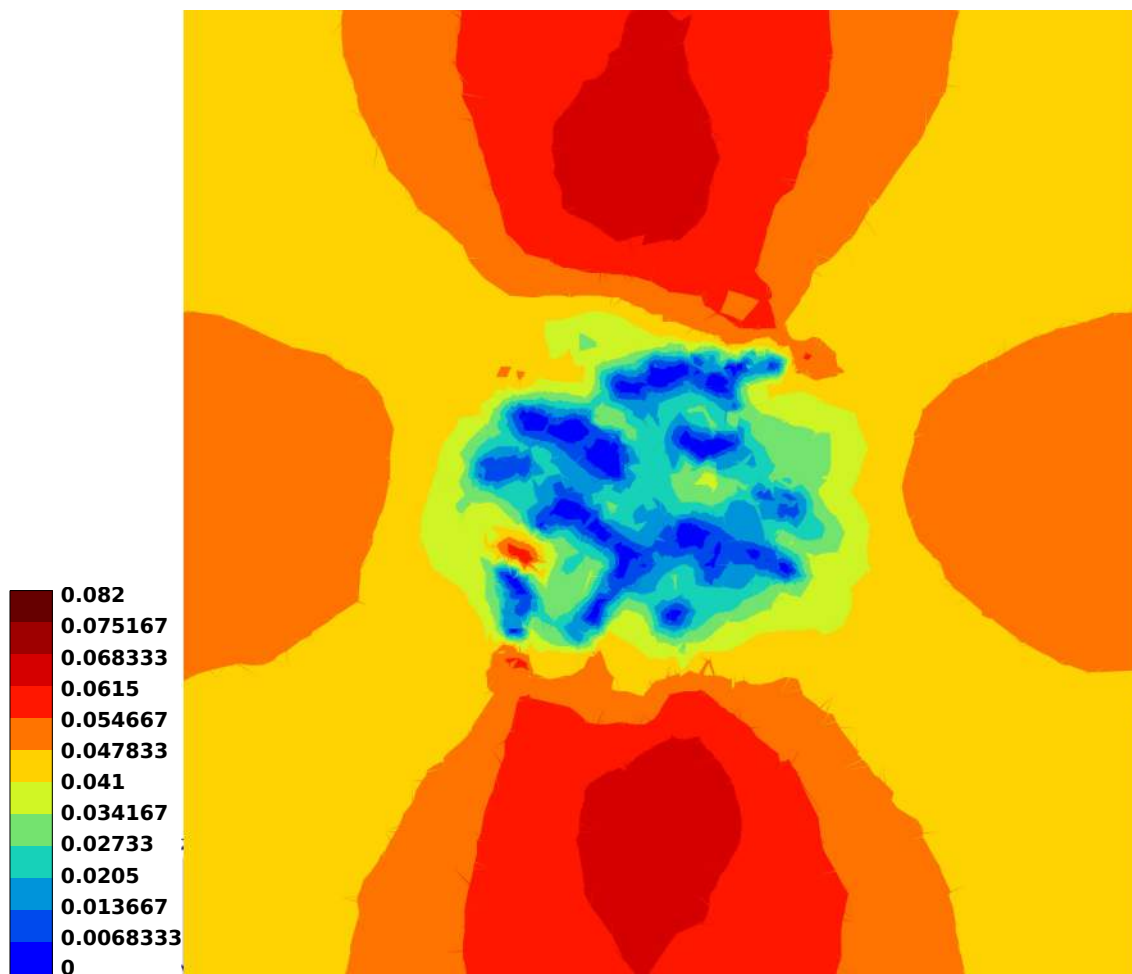
Les figures IV.67 et IV.68 montrent l'évolution de la contrainte équivalente en fonction de la déformation équivalente pour différents fractions volumiques de particules contenue dans les cellules. Dans le cas où les cellules contiennent 30% de particules on peut observer que le comportement effectif de la microstructure modèle est quasi identique à la microstructure réelle. Dans le cas où la cellule contient 14 % de particules, un écart apparaît au fur et à mesure que la déformation équivalente augmente. Dans ce cas, bien que les comportements effectifs de la microstructure modèle et réelle soient globalement très proches, l'influence des différences

morphologiques entre particules modèle et réelle semble être de plus en plus significative quand la déformation augmente mais aussi quand la taille de la cellule augmente. Cette observation met en évidence des mécanismes de localisation de la déformation différents au sein des cellules.

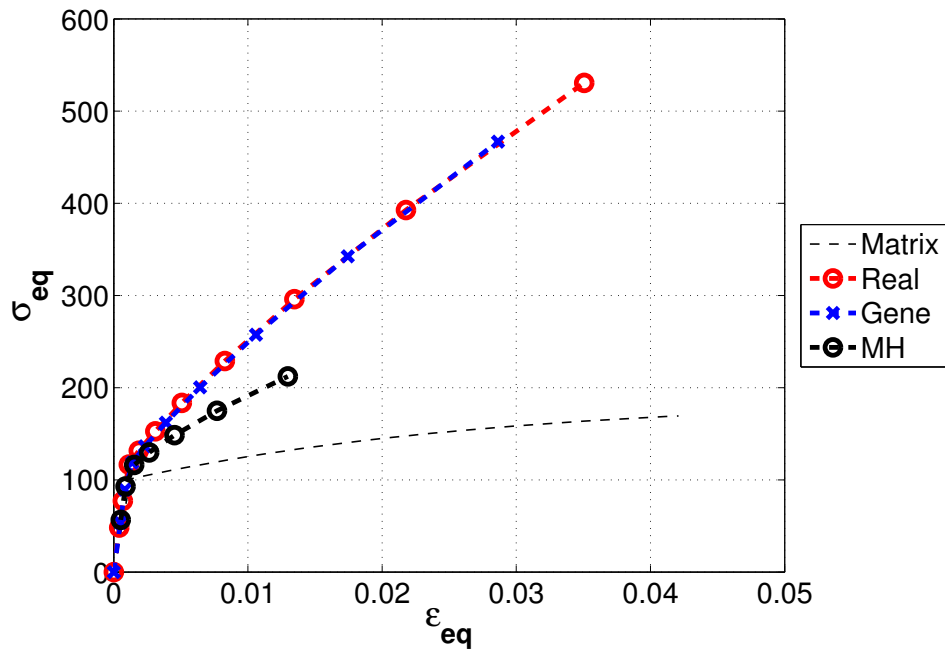


**Figure IV.65** – Exemple de maillage d’une cellule convexe contenant une particule intermétallique dans une matrice infinie : *La particule intermétallique est en rouge*



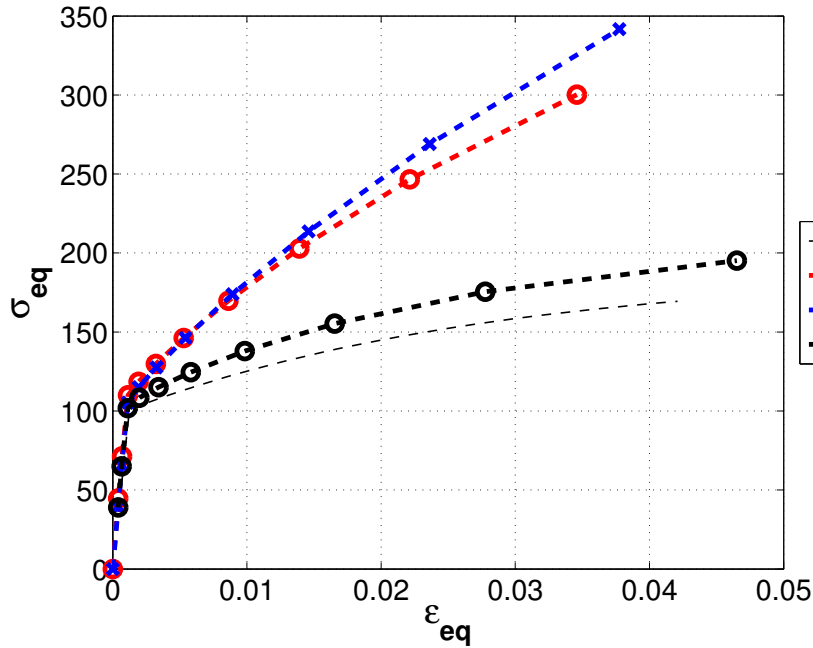


**Figure IV.66** – Champs de déformations plastique cumulée lors de la compression d'une cellule contenant une particule intermétallique modèle



**Figure IV.67** — Courbes de comportement effectifs obtenues pour une fraction volumique de particules de 30%. *Matrix* représente le comportement expérimental de la matrice, (*Real*) est le comportement obtenu pour la microstructure réelle, (*Gene*) est le comportement de la microstructure générée et (*MH*) est le comportement obtenu pour le modèle de sphère noyée dans une matrice





**Figure IV.68** – Courbes de comportement effectifs obtenus pour une fraction volumique de particule de 14%. *Matrix* représente le comportement expérimental de la matrice, (*Real*) est le comportement obtenu pour la microstructure réelle, (*Gene*) est le comportement de la microstructure générée et (*MH*) est le comportement obtenu pour le modèle de sphère noyé dans une matrice

## 5 Identification d'une loi de comportement pour les cellules

### 5.1 Stratégie de calcul

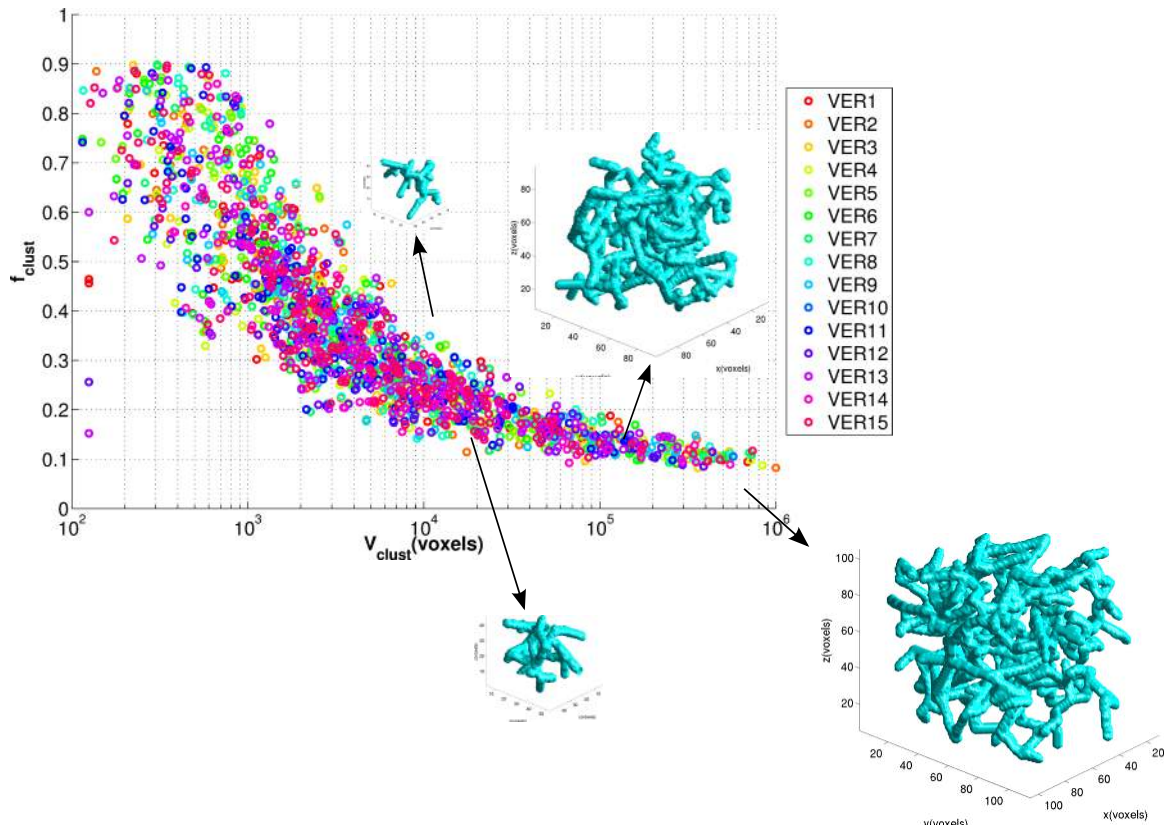
Le modèle morphologique que nous avons proposé pour modéliser les particules intermétalliques a été validé mécaniquement dans la section précédente. L'intérêt majeur du modèle morphologique est de pouvoir générer une particule modèle pour une taille de cellule donnée. Nous avons pu montrer que le comportement homogénéisé des cellules avait une loi d'évolution de type Voce. Dans cette partie, nous voulons identifier comment les paramètres de la loi de Voce varient en fonction de la taille de la cellule.

Pour faire cette étude l'idée est de générer plusieurs cellules à volumes différents contenant des particules modèles. La figure IV.69 illustre comment les particules modèles sont générées en se servant du volume de la cellule les entourant. Pour un volume de cellule donné, on a la

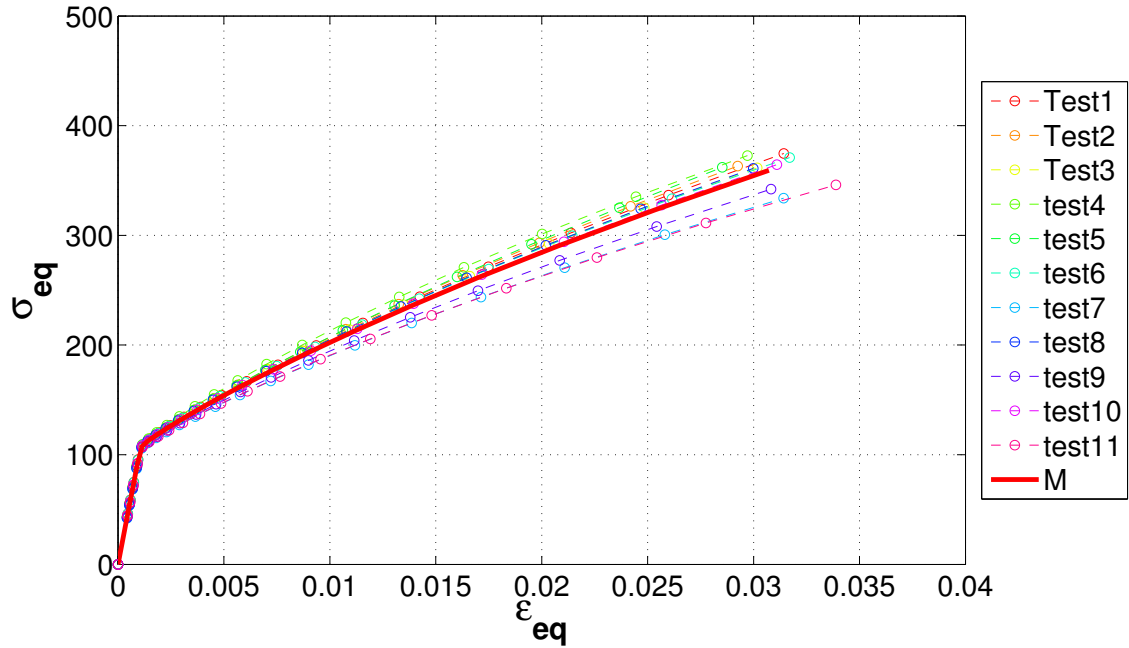
## IV.5 Identification d'une loi de comportement pour les cellules

fraction volumique de particules correspondantes.

Pour un volume de cellule donné nous faisons 11 réalisations pour se rapprocher le plus possible d'une représentativité statistique du comportement que l'on veut identifier. La figure IV.71 représente l'évolution de la contrainte équivalente en fonction de la déformation équivalente pour 11 réalisations d'une cellule contenant 14% de particules intermétalliques. Le comportement identifié pour cette cellule correspond à la moyenne de toutes les réalisations. L'écart de contrainte est très faible entre les différentes réalisations sous petites déformations. Cependant à 3% de déformation l'écart type atteint 10% de la contrainte moyenne. Ceci montre la nécessité absolue de faire une analyse statistique. On pourrait pousser l'analyse en augmentant le nombre de réalisations afin de déterminer des bornes d'estimation robustes.



**Figure IV.69** – Illustration du principe de génération de particule intermétallique respectant le volume et la fraction volumique du cluster



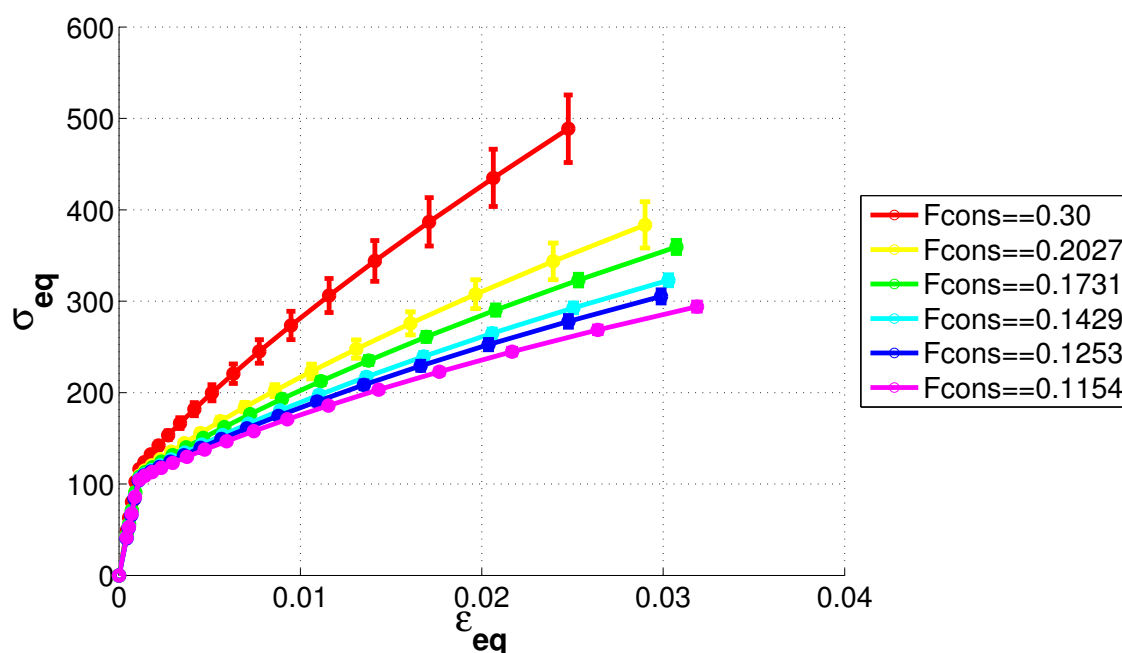
**Figure IV.70** – Méthode d'identification du comportement moyen d'une cellule : *Cas de cellules contenant 14.29% de particules intermétalliques (M) représente le comportement moyen identifié à l'aide d'une loi de Voce*

## 5.2 Identification des paramètres

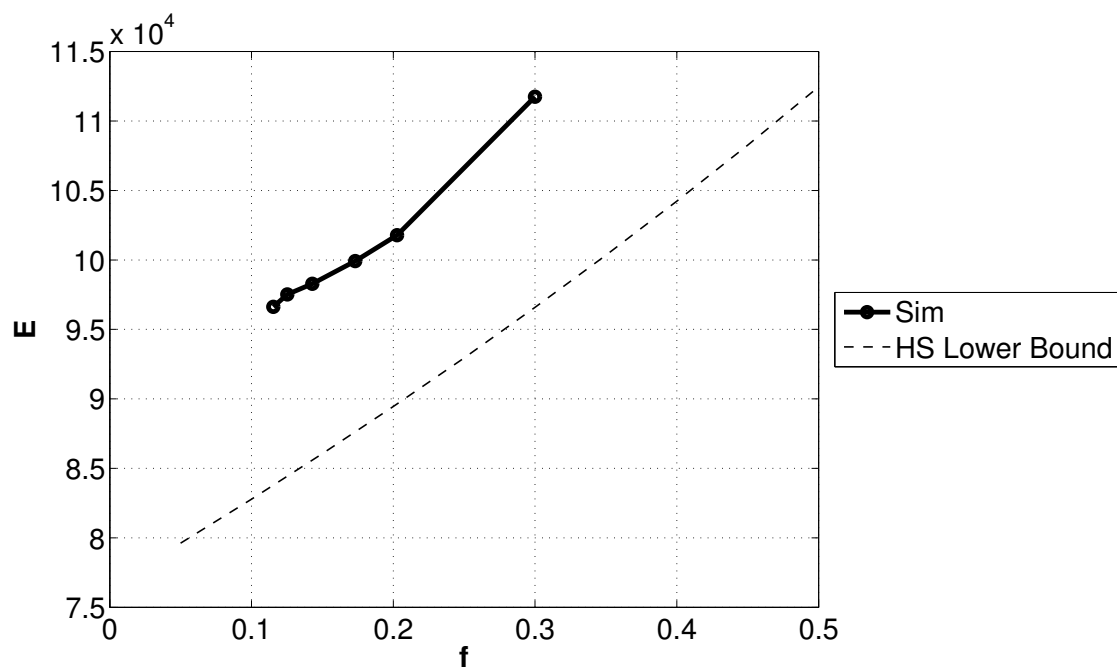
La figure IV.71 représente le comportement effectif moyen obtenu pour différentes cellules contenant différentes fractions volumiques de particules. On peut observer qu'au fur et à mesure que la fraction volumique diminue le comportement effectif tend à se stabiliser. On peut aussi observer que l'écart type diminue fortement quand la fraction volumique diminue.

Une loi de Voce est utilisée pour modéliser le comportement moyen des cellules à une fraction volumique de particule donnée. On peut ainsi identifier une loi d'évolution des paramètres de Voce en fonction de la fraction volumique de particule contenue dans les cellules. Il a été observé que seul les paramètres  $Q$  (voir figure IV.74),  $E$  (voir figure IV.72),  $\sigma_0$  (voir figure IV.73) variaient en fonction de la fraction volumique de particule. On peut noter que pour les petites fractions volumiques de particule les paramètres tendent à se stabiliser mais augmentent très rapidement quand la fraction volumique de particules augmente.

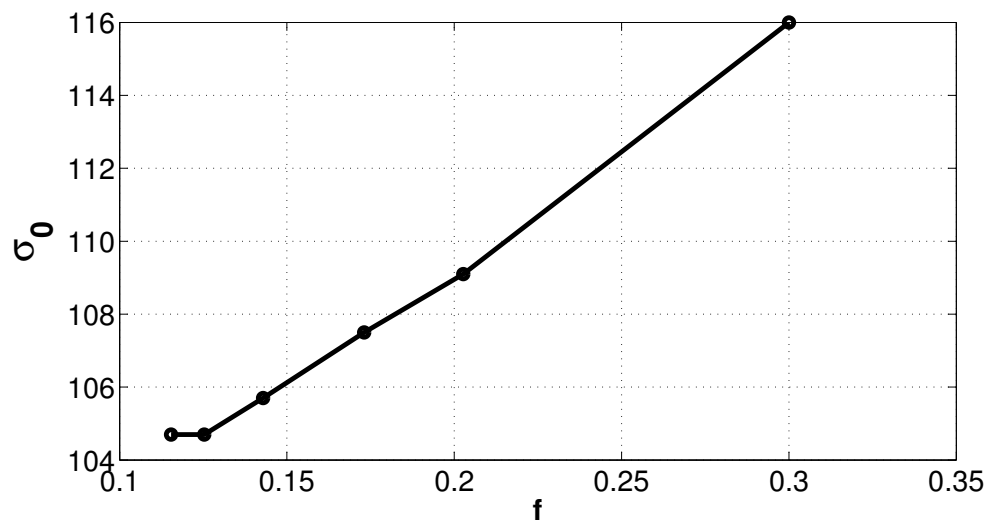
## IV.5 Identification d'une loi de comportement pour les cellules



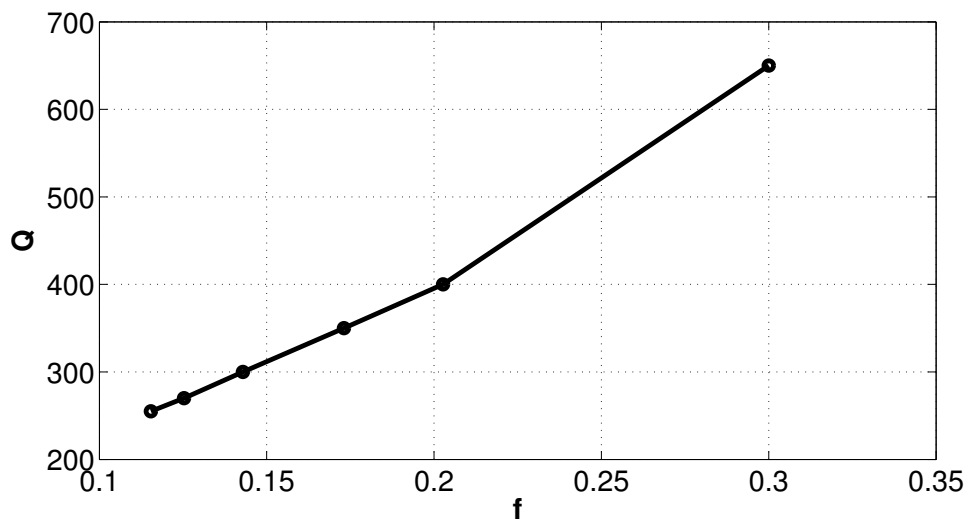
**Figure IV.71** – Comportement effectif identifié pour plusieurs cellules à différent fractions volumique de particule.



**Figure IV.72** – Evolution du module d'Young équivalent en fonction de la fraction volumique de particules contenues dans la cellule



**Figure IV.73** – Evolution de la limite élastique des cellules en fonction de la fraction volumique.

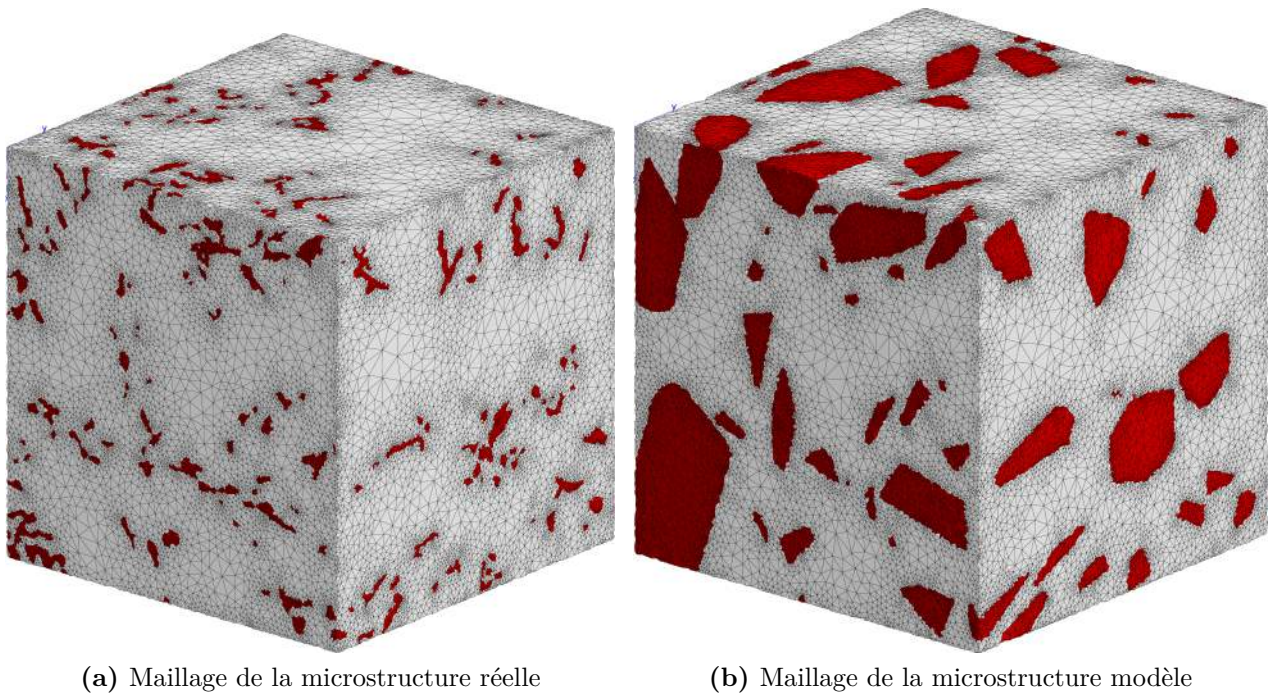


**Figure IV.74** – Evolution du paramètre  $Q$  de la loi de Voce en fonction de la fraction volumique de particule contenu dans la cellule

## 6 Comparaison des mécanismes de déformation entre microstructure modèle et réelle

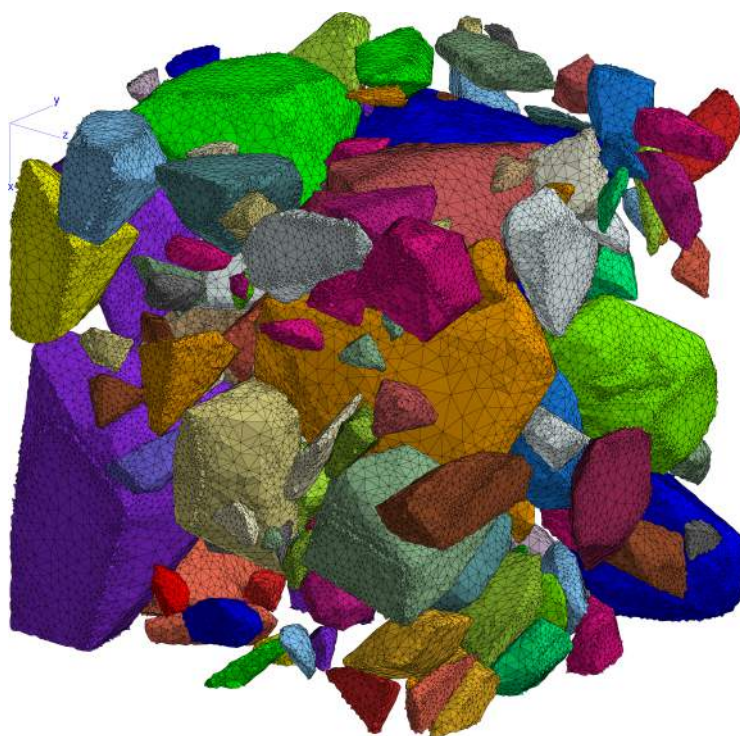
### 6.0.1 Maillage

Le but de la démarche est de s'affranchir du maillage coûteux de la microstructure réelle. La figure IV.75 représente le maillage d'un VER (chapitre 2) avec sa microstructure modèle proposée. Comme expliqué précédemment, la microstructure modèle est constituée des cellules convexes des amas de particules identifiées. Les particules intermétalliques formant une structure interconnectée, les cellules des amas de particules partagent pour la plupart (les cellules des amas isolés ne sont pas connectées) des faces communes pour reproduire le transfert des contraintes. Chaque cellule est identifiée à l'aide de son volume et de la fraction volumique de particules qu'elle contient. La figure IV.76(a) montre les cellules identifiées chacune par un label puis noyées dans la matrice (figure IV.76(b)).

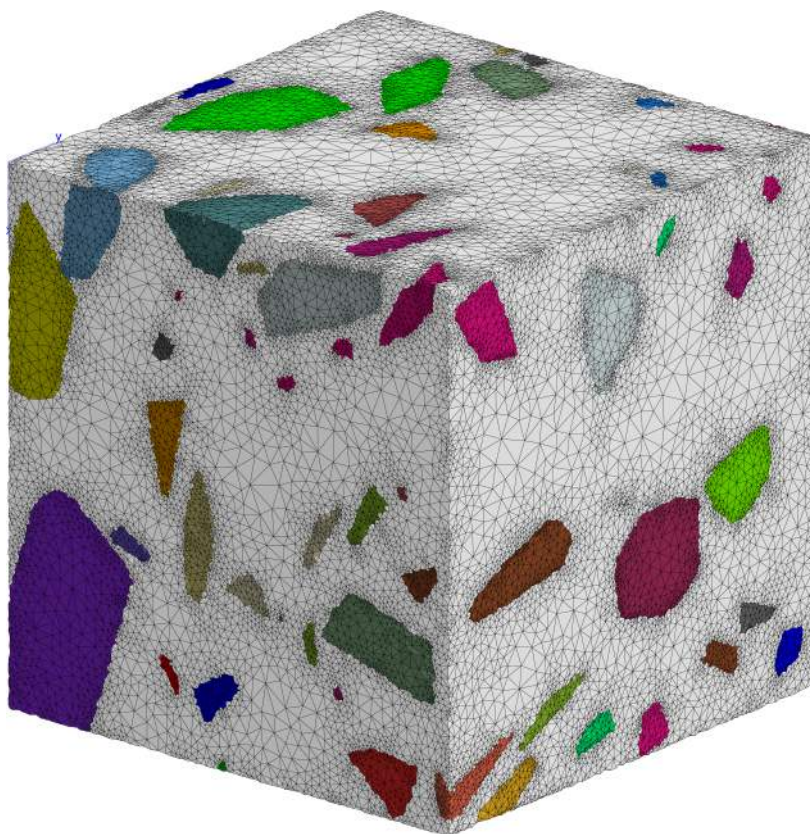


**Figure IV.75** – Maillage d'un VER avec sa microstructure modèle équivalente





(a)



(b)

**Figure IV.76** – Maillage des cellules labellisées de la microstructure modèle



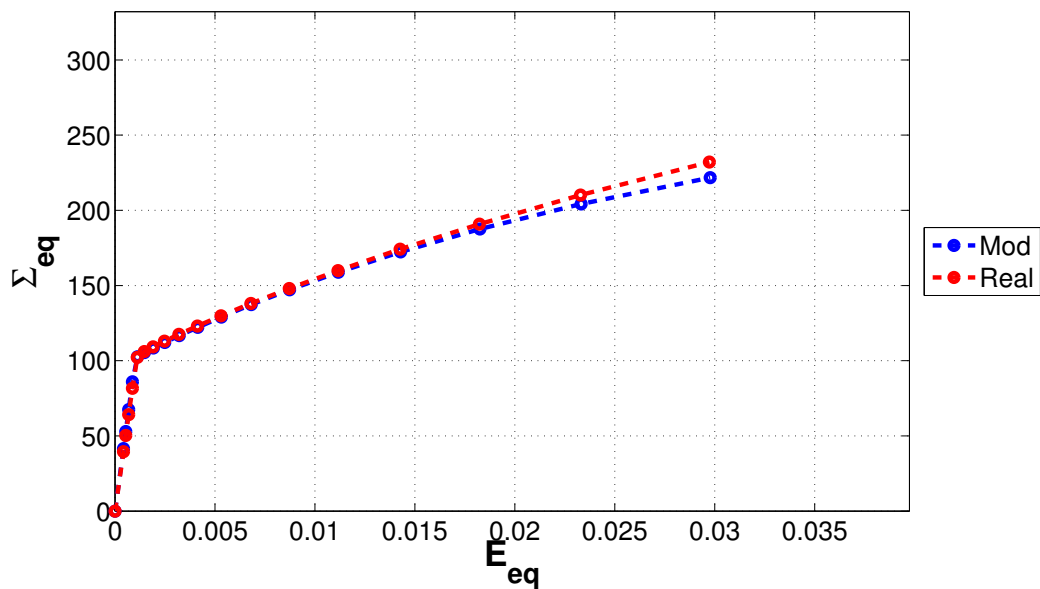
### 6.0.2 Première comparaison entre microstructure modèle et réelle

Afin de simuler le comportement du matériau l'idée est d'affecter à chaque cellule du volume une loi de comportement propre, dépendant de la fraction volumique de particules qu'elle contient. Procéder ainsi introduirait de fortes concentrations de contraintes aux interfaces entre les cellules de volumes et de formes très différents. Cela serait en fait un enrichissement du modèle car elle reproduirait exactement les observations expérimentales faites sur la rupture des particules intermétalliques. Introduire des lois de comportement individuelles pour chaque cellule nécessite de nouveaux développements dans Zebulon, ces développements feront l'objet de travaux futurs. Néanmoins la première démarche consiste à introduire la même loi de comportement pour toutes les cellules. Les paramètres de la loi de comportement des cellules sont choisis de telle manière que le comportement effectif du modèle éléments finis de la microstructure réelle soit le même que celui de la microstructure modèle. Les paramètres élastiques et les paramètres de la loi de Voce vérifiant cette condition sont présentées dans le tableau IV.2. Une déformation selon l'axe vertical  $\varepsilon_{33}$  est imposée sur chaque volume. La figure IV.77 représente le comportement effectif obtenu pour chaque volume.

L'idée est d'observer si la microstructure modèle permet de reproduire les mêmes mécanismes de déformation que dans le cas de la microstructure réelle. La figure IV.78 montre les champs de déformation équivalentes après 3% de déformation imposée. On peut observer que à quelques différences près, la microstructure modèle reproduit bien les mécanismes de localisation de la déformation. Les cellules de la microstructure modèle se déforment peu créant des bandes de localisation juste à côté. On peut remarquer les pics de déformations plus élevés et à répartition spatiale limitée dans le cas de la microstructure réelle. Ce phénomène étant du essentiellement au fort contraste de propriétés entre la matrice et les particules mais aussi à la forme sévère des particules dans certaines régions. La figure IV.79 représente la répartition des contraintes de Von Mises dans la microstructure modèle. On peut observer de fortes concentrations de contraintes dans les cellules.

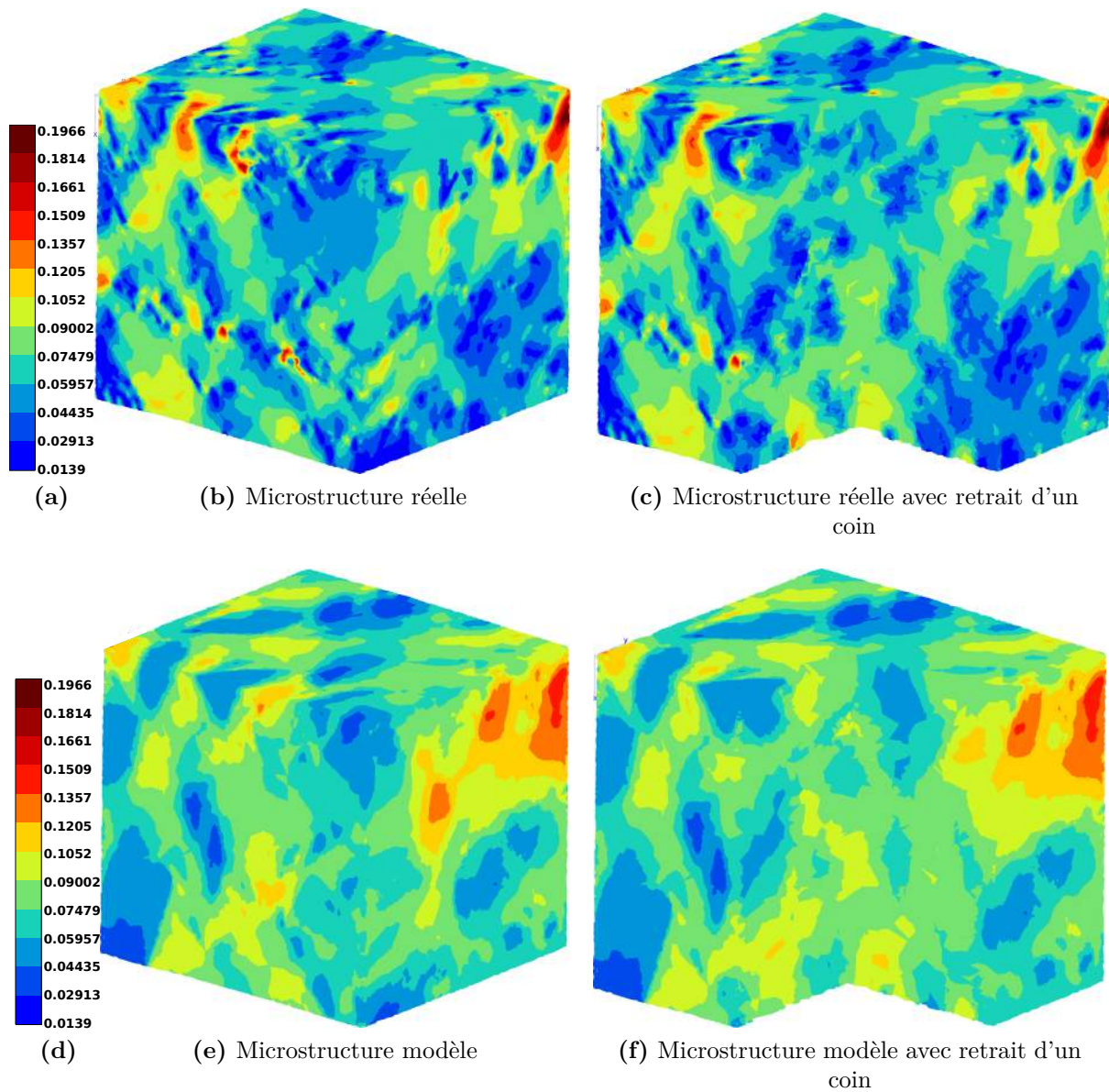
Paramètres	Matrice	Cellules
$\sigma_0$ (Mpa)	100.5	107.
$Q = (\sigma_u - \sigma_0)$ (Mpa)	82.1	360.
$b$	36.5	36.5
$\alpha$ (Mpa)	40.8	40.8
$E$ (Gpa)	76.5 Gpa	97.5
$\nu$	0.3	0.3

**Tableau IV.2** – Paramètres de Voce identifiés pour la matrice par éléments finis

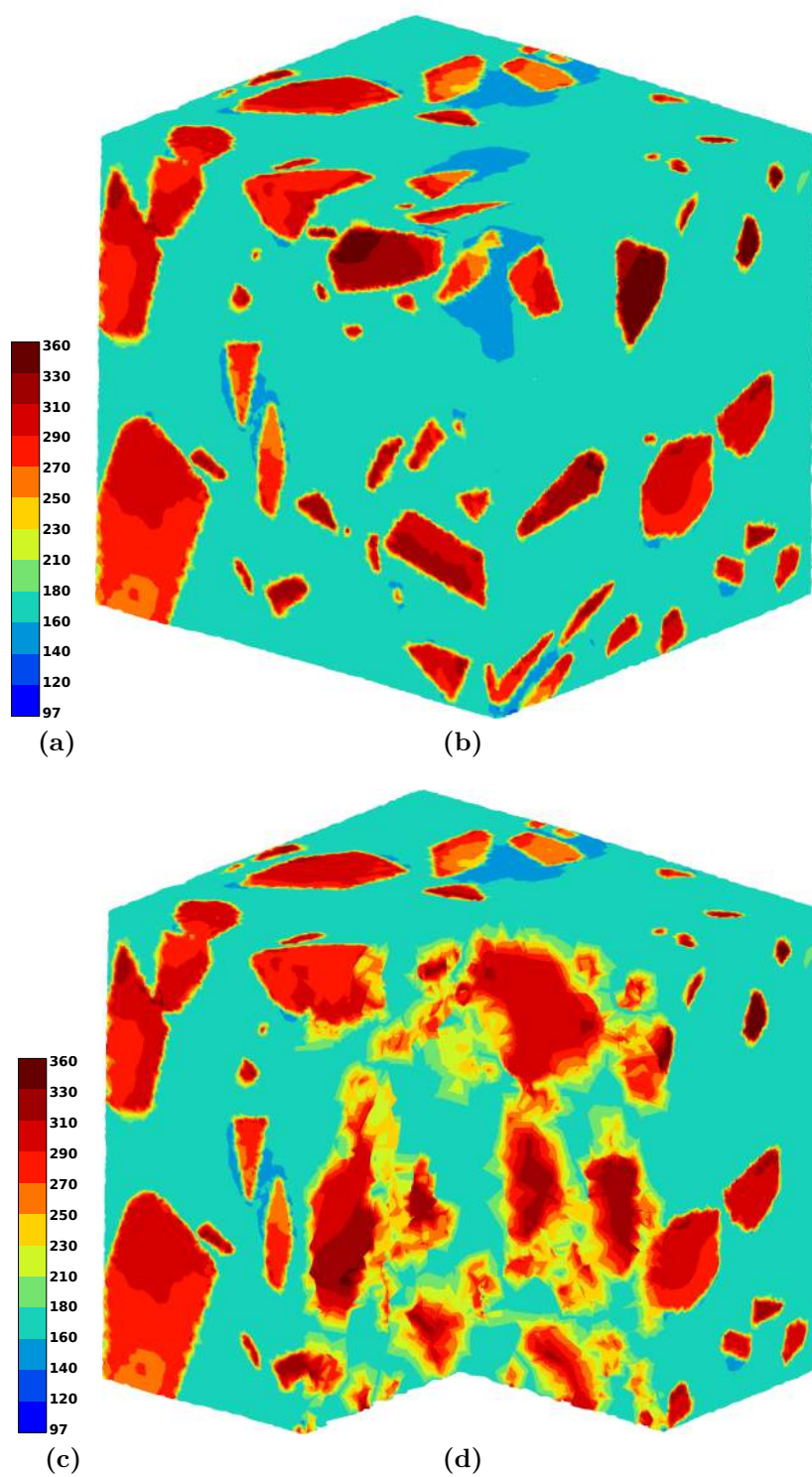


**Figure IV.77** – Comportements effectifs équivalents obtenues pour les microstructures réelle et modèle pour 3% de déformation imposée selon l'axe vertical.

#### IV.6 Comparaison des mécanismes de déformation entre microstructure modèle et réelle



**Figure IV.78** – Déformation équivalente dans la microstructure modèle à 3% de déformation  $\varepsilon_{33}$  imposée



**Figure IV.79** – Contrainte de Von Mises dans la microstructure modèle à 3% de déformation  $\varepsilon_{33}$  imposée

## 7 Conclusion

Dans ce chapitre on s'est intéressé à la modélisation micromécanique de notre alliage. Un modèle de particules intermétalliques élastiques noyées dans une matrice elasto-plastique a été proposé. Dans un premier temps les paramètres non linéaires de la matrice ont pu être identifiés en se basant sur des théories d'homogénéisation. Des calculs par éléments finis sur les microstructures ont permis de valider la taille du VER (chapitre 2) définie à partir de la fraction volumique des particules. Les calculs par éléments finis ont mis en évidence la forte influence de la forme des particules sur le comportement effectif du VER. En effet la forme interconnectée des particules contribue au transfert de charge dans tout le volume. De ce fait les contraintes atteignent très vite des valeurs irréalistes mettant en évidence la nécessité d'introduire un modèle d'endommagement. Des études morphologiques et statistiques ont permis de mesurer des paramètres caractéristiques de la microstructure de notre alliage. Un algorithme se basant sur la méthode de la classification hiérarchique a permis de reconnaître dans la microstructure de notre alliage des amas ou régions à forte densité de particules. Au vu des observations expérimentales et numériques un modèle de microstructure est proposé, fondé seulement sur les cellules convexes des amas. A l'aide des paramètres microstructuraux mesurés des particules modèles se rapprochant au mieux des particules réelles ont été générées. A l'aide des particules générées des lois de comportements en non-linéaire sont proposées pour les cellules. La comparaison de simulations sur la microstructure réelle et modèle a montré que ce dernier est un bon outil pour prédire les mécanismes de localisation de la déformation donc de l'endommagement.



---

# Conclusion générale et perspectives

## Conclusions :

Cette thèse avait pour objectif d'étudier puis modéliser les mécanismes de déformation et d'endommagement dans les alliages d'aluminium coulés utilisés pour fabriquer les composants de moteurs automobiles. Selon les pièces, les compositions chimiques, en termes d'éléments d'addition, peuvent varier. Cependant les techniques de caractérisations aux rayons X révèlent que la morphologie des phases restait identique. La démarche de cette thèse a été d'étudier un alliage modèle dont le comportement serait généralisable aux alliages du même type et même à d'autres matériaux dont les microstructures seraient proches.

Dans une première partie une campagne d'études expérimentales préliminaires a été réalisée. Grâce aux observations aux rayons X de l'ESRF, notamment la technique d'observation utilisant le contraste de phase à l'ID19, une observation précise de la morphologie des phases a pu être réalisée. On a pu observer pour des états de traitements thermiques différents, que la morphologie 3D des particules de seconde phase était de type fibreux et interconnectée. Des études de nano indentation ont mis en évidence des particules rigides et fragiles. A travers des essais de compression et de traction sur des éprouvettes traitées thermiquement ou non, on a pu observer une influence forte de la microstructure sur le comportement mécanique macroscopique. Une différence de comportement entre essai de compression et de traction a introduit le caractère très endommageable de l'alliage.

En deuxième partie des essais *in situ* au microscope électronique à balayage d'une part et en tomographie ont été réalisés. Ils ont servi à mettre en évidence les mécanismes d'initiation et d'évolution de l'endommagement. Il a été observé que, même à petites déformations les particules de seconde phase sont exclusivement à l'origine de l'apparition des cavités. Nous



avons observé au MEB que beaucoup de cavités apparaissaient par une décohésion de l'interface aluminium-silicium. Ces cavités de forme plate et allongée évoluaient ensuite sous forme de microfissures. La rupture des particules intermétalliques a été observée en 3D grâce aux images tomographiques. Le suivi d'un volume d'intérêt lors de la traction nous a permis d'observer que les particules intermétalliques se rompaient par le détachement de paquets. Ces paquets sous forme d'amas de branches interconnectées rompent car ils sont reliés aux restes du réseau par quelques branches. Par ailleurs, une attention rigoureuse accordée aux mécanismes d'évolution des cavités lors de la traction, a permis de comprendre avec une très grande précision la cinétique de propagation de l'endommagement. En suivant l'évolution d'une cavité individuelle on a pu observer que l'endommagement se propageait par apparition de cavités puis coalescence rapide. Ces deux étapes étant parfaitement synchronisées. La phase de croissance est quasi inexistante. Ces mécanismes de propagation donnent naissance à plus grande échelle, à la formation d'une macro fissure dont la formation a pu être observée.

En troisième partie nous nous sommes intéressés aux mécanismes de déformation à l'origine de l'endommagement. Pour cela une technique de mesure de champs, spécialement développée pour être appliquée aux images obtenues au MEB, a été utilisée pour étudier les mécanismes de déformation lors d'un essai de traction. Les images MEB comportant un certain niveau de bruit, des techniques de filtrage, ayant pour précaution la conservation de l'information nécessaire à la détermination des champs de déplacement, ont été appliquées. La superposition des champs de déformations sur la microstructure réelle a mis en évidence le rôle prépondérant des particules intermétalliques. En effet, il a été observé que les amas de particules intermétalliques faisaient écran à la déformation plastique donnant ainsi naissance à une forte localisation dans les régions juste à côté. En effet on a pu observer de grandes déformations dans les régions contenant que de l'aluminium et du silicium. La localisation de la déformation dans les régions contenant du silicium conduit à un cisaillement de l'interface aluminium-silicium. Ce cisaillement de l'interface est à l'origine de l'initiation de l'endommagement. En 3D l'endommagement a pu être mesuré d'une part par segmentation des cavités, et d'autre part par corrélation d'images numériques. Il a été observé que sous l'effet de la déformation le matériau se dilatait indiquant un endommagement très important. La comparaison des deux techniques de mesure a mis en évidence l'existence de deux populations de cavités. La confrontation des mesures de l'endommagement par segmentation des cavités et par corrélation d'images a mis en évidence l'existence de cavités à petite échelle non détectables en tomographie. A l'aide des essais *in situ* au MEB, une évolution continue sans interruption de la population de cavités à petite échelle a été démontrée. Les paramètres du modèle GTN ont pu être identifiés en se basant sur une

théorie d'homogénéisation et les mesures expérimentales. Les paramètres identifiés ont permis de prédire le comportement endommageable du matériau.

En quatrième partie des calculs des microstructures par éléments finis ont été réalisés. Un modèle éléments finis décrivant des particules intermétalliques noyées dans une matrice a montré les mêmes mécanismes de déformations que ceux observés expérimentalement. Une forte influence de la morphologie des particules intermétalliques a été mise en évidence. En effet, de par leur architecture les particules intermétalliques supportent de très grandes charges. Les contraintes dépassent dès les premiers instants de chargement la contrainte limite à rupture. Ce résultat est en phase avec les observations expérimentales car il met en évidence la nécessité d'introduire dans le modèle une loi d'endommagement pour coller à la réalité. Ainsi dans le but de proposer des modèles simplifiés, pouvant reproduire le comportement réel de l'alliage, une caractérisation fine des microstructures a été réalisée. Des paramètres caractéristiques de la microstructure ont pu être mesurés. Une technique de tessellation dans l'espace a permis de classer les microstructures. Des groupes d'amas d'intermétalliques ainsi que leurs statistiques ont pu être identifiés. Une microstructure modèle, basée uniquement sur les cellules convexes des amas a été proposée. Des particules modèles se basant sur les paramètres morphologiques mesurés nous ont permis de simuler le comportement mécanique local des amas d'intermétalliques. Les cellules convexes entourant les amas d'intermétalliques ont été définies en fonction de leur volume et de la quantité d'intermétalliques qu'ils contiennent. Des calculs d'homogénéisation ont permis d'identifier des lois de comportements de type Voce pour ces cellules convexes. Des lois d'évolution des différents paramètres du modèle de Voce ont ainsi pu être déterminées en fonction de la taille des cellules. Une comparaison directe entre les mécanismes de localisation de la déformation dans une microstructure réelle et une microstructure modèle a pu être réalisée. Ainsi il a été observé que la microstructure modèle permettait de bien reproduire les mécanismes de localisation de la déformation de la microstructure réelle. Le maximum des déformations dans la matrice est cependant plus élevé dans le cas de la microstructure réelle. Ceci étant dû principalement à la forme des particules intermétalliques.

### **Quelques perspectives :**

Les lois d'endommagement classiques pour prédire le comportement des matériaux supposent que les mécanismes de germination puis d'évolution des cavités sont indépendants de la microstructure. Les observations expérimentales que nous avons effectuées mettent en évidence le rôle primordial de la microstructure. Pour mieux prédire le comportement endommageable

des alliages au silicium, des informations sur la microstructure locale doivent être insérées. C'est dans cette optique qu'une microstructure modèle a été proposée dans cette thèse. Des travaux futurs pourraient s'intéresser à enrichir la simulation du comportement du matériau, notamment en introduisant des zones cohésives entre les cellules pour modéliser la rupture des particules intermétalliques. Une loi de comportement elasto-plastique propre à la taille des cellules pourra être introduite. La matrice pourra obéir à une loi de Voce, la même loi d'endommagement de type Michel et Suquet pourra alors être appliquée à l'ensemble du volume étudié. Les cavités seront introduites dans le modèle à travers des lois de germination et de croissance directement obtenues à partir des mesures expérimentales par corrélation d'images numériques. Plusieurs réalisations du VER avec des distributions différentes de cellules pourront servir à établir des bornes entre lesquels se répartiraient les paramètres de la loi d'endommagement macroscopique que l'on voudrait identifier. A l'échelle de la structure c'est-à-dire de la pièce dont on voudrait prédire la durée de vie, des modèles basés sur des études statistiques de la microstructure pourraient être utilisés.

Dans cette thèse une seule valeur du paramètre de coupure a été utilisée pour définir les amas de particules intermétalliques. Il pourrait être intéressant de choisir d'autres valeurs et d'étudier leurs effets sur les mécanismes de localisation de la déformation.

Dans cette thèse toutes les éprouvettes utilisées ont été soumises à des sollicitations mécaniques à température ambiante. Il pourrait être intéressant de réaliser des essais *in situ* de fatigue thermique. Ces essais pourraient être réalisés sous tomographie aux rayons X, il serait intéressant de vérifier si les mécanismes de déformation sont identiques à ceux à température ambiante. Les propriétés de l'interface aluminium-silicium étant sensibles à la température, les lois d'endommagement pourraient varier en fonction de la température choisie pour l'essai.

---

## Références bibliographiques

- [1] A.T. Alpas and J. Zhang. Effect of SiC particulate reinforcement on the dry sliding wear of aluminium-silicon alloys (A356). Wear, 155(1) :83–104, May 1992. [35](#)
- [2] S.Kumai ; J.Hu ; Y.Higo and S.Nunomura. Hardness Characteristics in Aged Particulate SIC/A356 Cast Aluminium Alloy Composites. Scripta METALLURGICA et MATERIALIA, 27 :107–110, 1992. [12](#)
- [3] A. S. Argon, J. Im, and R. Safoglu. Cavity formation from inclusions in ductile fracture. Metallurgical Transactions A, 6(4) :825–837, April 1975. [143](#)
- [4] Z. Asghar and G. Requena. Three dimensional post-mortem study of damage after compression of cast Al-Si alloys. Materials Science and Engineering : A, 591 :136–143, January 2014. [xiv](#), [17](#), [18](#), [19](#), [30](#), [117](#)
- [5] Z. Asghar, G. Requena, and E. Boller. Three-dimensional rigid multiphase networks providing high-temperature strength to cast AlSi10Cu5Ni1-2 piston alloys. Acta materialia, 59(16) :6420–6432, September 2011. [xiv](#), [16](#), [17](#)
- [6] Z. Asghar, G. Requena, H.P. P Degischer, and P. Cloetens. Three-dimensional study of Ni aluminides in an AlSi12 alloy by means of light optical and synchrotron microtomography. Acta Materialia, 57(14) :4125–4132, August 2009. [xiii](#), [14](#)
- [7] Z. Asghar, G. Requena, and F. Kubel. The role of Ni and Fe aluminides on the elevated temperature strength of an AlSi12 alloy. Materials Science and Engineering : A, 527(21-22) :5691–5698, August 2010. [xiii](#), [xiv](#), [15](#), [22](#)
- [8] ASM handbook Materials Park. No Title. OH :pp. 823–873., 1995. [13](#)
- [9] A. Asserin-Lebert, J. Besson, and A.F. Gourgues. Fracture of 6056 aluminum sheet materials : effect of specimen thickness and hardening behavior on strain localization and toughness. Materials Science and Engineering : A, 395(1-2) :186–194, March 2005. [114](#), [119](#)

- [10] T. T. Wu B. Budiansky. Theoretical prediction of plastic strains of polycrystals. 4th U.S. National Congress of Theoretical and Applied Mechanics, pages 1175–1185, 1962. [245](#)
- [11] Laurent Babout. Etude par tomographie X et modélisation de l'endommagement de Matériaux Métalliques Modèles. Technical report, L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2002. [xxiii](#), [227](#), [228](#)
- [12] R. Bade, J. Haase, and B. Preim. Comparison of Fundamental Mesh Smoothing Algorithms for Medical Surface Models. SimVis, 2006. [127](#)
- [13] I. Baker and P. R. Munroe. Mechanical properties of FeAl. International Materials Reviews, 42(5) :181–205, July 1997. [223](#)
- [14] A. Baldacci, H. Klöcker, and J. H. Driver. Stress concentrations in non-convex second phase particles embedded in metal matrix submitted to large plastic deformations. Journal de Physique IV (Proceedings), 105 :99–106, March 2003. [144](#)
- [15] Bruno Barlas. Etude du comportement et de l'endommagement en fatigue d'alliages d'aluminium de fonderie, February 2004. [2](#)
- [16] José Baruchel, Jean-Yves Buffiere, Peter Cloetens, Marco Di Michiel, Emilie Ferrie, Wolfgang Ludwig, Eric Maire, and Luc Salvo. Advances in synchrotron radiation microtomography. Scripta Materialia, 55(1) :41–46, July 2006. [43](#)
- [17] R. Becker. The effect of porosity distribution on ductile failure. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 35(5) :577–599, January 1987. [144](#)
- [18] R. Becker and R.E. Smelser. Simulation of strain localization and fracture between holes in an aluminum sheet. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 42(5) :773–796, May 1994. [144](#)
- [19] N. Belov, D. Eskin, and N. Avxentieva. Constituent phase diagrams of the Al-Cu-Fe-Mg-Ni-Si system and their application to the analysis of aluminium piston alloys. Acta Materialia, 53(17) :4709–4722, October 2005. [xxv](#), [11](#)
- [20] Mark J. Beran. Statistical Continuum Theories. American Journal of Physics, 36(10) :923, July 1968. [242](#)
- [21] G. Besnard, F. Hild, and S. Roux. Finite-Element Displacement Fields Analysis from Digital Images : Application to Portevin-Le Châtelier Bands. Experimental Mechanics, 46(6) :789–803, December 2006. [70](#)
- [22] J Besson, D Steglich, and W Brocks. Modeling of crack growth in round bars and plane strain specimens. International journal of solids and ..., 38 :8259–8284, 2001. [235](#)

- [23] Nicolas Bilger. Étude micro-mécanique de l'effet de la présence d'amas d'inclusions sur la transition fragile-ductile d'aciers nucléaires. Technical report, Ecole polytechnique X, October 2003. [60](#)
- [24] G.H H Bray, M Glazov, R.J J Rioja, D Li, and R.P P Gangloff. Effect of artificial aging on the fatigue crack propagation resistance of 2000 series aluminum alloys. International Journal of Fatigue, 23 :265–276, 2001. [12](#)
- [25] B. Budiansky. On the elastic moduli of some heterogeneous materials. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 13(4) :223–227, August 1965. [243](#)
- [26] B. BUDIANSKY, J.W. HUTCHINSON, and S. SLUTSKY. Mechanics of Solids. Elsevier, 1982. [232](#)
- [27] G Burger and E Koken. The influence of spatial distributions on metallurgical processes. Advances in Phase ..., 1988. [151](#)
- [28] Anthony Burteau, Jean-Dominique Bartout, Samuel Forest, Yves Bienvenu, S. Saberi, and D. Naumann. Investigation of representative volume element size for the mechanical properties of open-cell nickel foams, 2008. [239](#)
- [29] C.J. J Butcher and Zengtao Chen. Continuum void nucleation model for Al-Mg alloy sheet based on measured particle distribution. Acta Mechanica Solida Sinica, 22(5) :391–398, October 2009. [34](#)
- [30] P.Ponte Castañeda. The effective mechanical properties of nonlinear isotropic composites. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 39(1) :45–71, January 1991. [119](#)
- [31] J. Lemaitre et J. L. Chaboche. Mécanique des Matériaux Solides. Paris, 1e édition édition, 1985. [106](#), [233](#)
- [32] C.-L. Chen, A. Richter, and R.C. Thomson. Investigation of mechanical properties of intermetallic phases in multi-component Al-Si alloys using hot-stage nanoindentation. Intermetallics, 18(4) :499–508, April 2010. [xiii](#), [10](#), [11](#), [12](#)
- [33] C. C. Chu and A. Needleman. Void Nucleation Effects in Biaxially Stretched Sheets. Journal of Engineering Materials and Technology, 102(3) :249, July 1980. [235](#)
- [34] James W. Cooley and John W. Tukey. An algorithm for the machine calculation of complex Fourier series. Mathematics of Computation, 19(90) :297–297, May 1965. [44](#)
- [35] Jérémie Dautriat, Michel Bornert, Nicolas Gland, Alexandre Dimanov, and Jean Raphael. Localized deformation induced by heterogeneities in porous carbonate analysed by multi-scale digital image correlation. Tectonophysics, 503(1-2) :100–116, April 2011. [70](#)
- [36] S.C. C Deevi and V.K. K Sikka. Nickel and iron aluminides : an overview on properties, processing, and applications. Intermetallics, 4(5) :357–375, January 1996. [223](#)

- [37] Olivier Diard and Georges Cailletaud. Un exemple de couplage, comportement-endommagement-environnement, dans les polycristaux. Application à l'Interaction Pastille-Gaine = An example of coupling behaviour-damage-environment in polycrystals Application to Pellet-Cladding Interaction. [240](#)
- [38] G.L. Dirichlet. Uber die reduction der positiveven quadratischen formen mit drei unbestimmten ganzen zahlen. Journal fur die Reine und Angewande Mathematik, 40 :209–227. [151](#)
- [39] P Doumalin, M Bornert, and J Crépin. Caractérisation de la répartition de la déformation dans les matériaux hétérogènes. Mécanique & industries, 2003. [70](#)
- [40] Pascal Doumalin. Microextensométrie locale par corrélation d'images numériques. Application aux études micromécaniques par microscopie électronique à balayage. Technical report, Ecole Polytechnique X, June 2000. [45](#)
- [41] E. M. Dubensky and D. A. Koss. Void/pore distributions and ductile fracture. Metallurgical Transactions A, 18(11) :1887–1895, November 1987. [144](#)
- [42] K. Dzieciol, A. Borbély, F. Sket, A. Isaac, M. Di Michiel, P. Cloetens, Th. Buslaps, and A.R. Pyzalla. Void growth in copper during high-temperature power-law creep. Acta Materialia, 59(2) :671–677, January 2011. [61](#)
- [43] A. Einstein. Eine neue Bestimmung der Moleküldimensionen. Annalen der Physik, 324(2) :289–306, 1906. [242](#)
- [44] J. D. Eshelby. The Determination of the Elastic Field of an Ellipsoidal Inclusion, and Related Problems. Proceedings of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences, 241(1226) :376–396, August 1957. [242](#)
- [45] Lasagni F. The role of Si on the microstructure of Al casting alloys and short fiber composites. Technical report, TUWien, 2006. [14](#)
- [46] D. Fabrègue and T. Pardoen. A constitutive model for elastoplastic solids containing primary and secondary voids. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 56(3) :719–741, March 2008. [119](#)
- [47] Jonas Faleskog and C.Fong Shih. Micromechanics of coalescence. Synergistic effects of elasticity, plastic yielding and multi-size-scale voids. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 45(1) :21–50, January 1997. [119](#)
- [48] R. Fernández-Gutiérrez and G.C. Requena. The effect of spheroidisation heat treatment on the creep resistance of a cast AlSi12CuMgNi piston alloy. Materials Science and Engineering : A, 598 :147–153, March 2014. [xiii](#), [10](#), [16](#)
- [49] J. R. Fisher and J. Gurland. Void nucleation in spheroidized carbon steels Part 1 : Experimental. Metal Science, 15(5) :185–192, May 1981. [143](#)



- [50] J. R. Fisher and J. Gurland. Void nucleation in spheroidized carbon steels Part 2 : Model. Metal Science, 15(5) :193–202, May 1981. [143](#)
- [51] G. I. Taylor. Plastic strain in Metals . J. Inst. Metals, 62 :307–315, 1938. [245](#)
- [52] G. Sachs. Zur Ableitung der Fließbedingung. Zeit. der V.D.I., 72 :739–747, 1928. [245](#)
- [53] A.B. Geltmacher, D.A. Koss, P. Matic, and M.G. Stout. A modeling study of the effect of stress state on void linking during ductile fracture. Acta Materialia, 44(6) :2201–2210, June 1996. [144](#)
- [54] C. Gérard, F. NâGuyen, N. Osipov, G. Cailletaud, M. Bornert, and D. Caldemaison. Comparison of experimental results and finite element simulation of strain localization scheme under cyclic loading. Computational Materials Science, 46(3) :755–760, September 2009. [240](#)
- [55] A Germaneau, P Doumalin, and JC Dupré. Comparison between X-ray micro-computed tomography and optical scanning tomography for full 3D strain measurement by digital volume correlation. NDT & E International, 2008. [88](#)
- [56] MSI Motor Service International GmbH. Reconditioning of Aluminium Engine Blocks. Technical report, 2006. [xiv](#), [20](#)
- [57] Mihai Gologanu, Jean-Baptiste Leblond, and Josette Devaux. Approximate models for ductile metals containing non-spherical voids-Case of axisymmetric prolate ellipsoidal cavities. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 41(11) :1723–1754, November 1993. [237](#)
- [58] A.A. Griffith. A.A. Griffith. The phenomena of rupture and flow in solids. Philosophical Transaction of the Royal Society of London, A,221 :163–197, 1920. [106](#)
- [59] Adrien Guery, Félix Latourte, François Hild, and Stéphane Roux. Characterization of SEM speckle pattern marking and imaging distortion by digital image correlation. Measurement Science and Technology, 25(1) :015401, January 2014. [70](#)
- [60] A. L. Gurson. Continuum Theory of Ductile Rupture by Void Nucleation and Growth : Part I-Yield Criteria and Flow Rules for Porous Ductile Media. Journal of Engineering Materials and Technology, 99(1) :2, January 1977. [233](#), [234](#), [237](#)
- [61] Eugene Guth. Theory of Filler Reinforcement. Journal of Applied Physics, 16(1) :20, April 1945. [242](#)
- [62] O. Guth, E. and Gold. On the hydrodynamical theory of the viscosity of suspensions. Phys. Rev, 53(322) :2–15, 1938. [242](#)
- [63] M. Hain and P. Wriggers. Computational homogenization of micro-structural damage due to frost in hardened cement paste. Finite Elements in Analysis and Design, 44(5) :233–244, March 2008. [239](#)

- [64] Z. Hashin and S. Shtrikman. A variational approach to the theory of the elastic behaviour of multiphase materials. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 11(2) :127–140, March 1963. [242](#), [244](#)
- [65] F. Hild and S. Roux. Comparison of Local and Global Approaches to Digital Image Correlation. Experimental Mechanics, 52(9) :1503–1519, March 2012. [70](#)
- [66] François Hild. Identification du comportement mécanique des matériaux et de la rupture des structures à l’aide de méthodes optiques. Technical report, ENS Cachan Laboratoire de mécanique et technologie, Cachan, 2003. [44](#)
- [67] F Hild, A Münch, and Y Ousset. On the control of crack growth in elastic media. Comptes Rendus Mecanique, 2008. [70](#), [75](#)
- [68] R. Hill. Elastic properties of reinforced solids : Some theoretical principles. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 11(5) :357–372, September 1963. [242](#)
- [69] R. Hill. Continuum micro-mechanics of elastoplastic polycrystals. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 13(2) :89–101, April 1965. [245](#)
- [70] Y. Huang. Accurate Dilatation Rates for Spherical Voids in Triaxial Stress Fields. Journal of Applied Mechanics, 58(4) :1084, December 1991. [232](#)
- [71] Y. Huang, J.W. Hutchinson, and V. Tvergaard. Cavitation instabilities in elastic-plastic solids. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 39(2) :223–241, January 1991. [232](#)
- [72] J. W. Hutchinson. Bounds and Self-Consistent Estimates for Creep of Polycrystalline Materials. Proceedings of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences, 348(1652) :101–127, February 1976. [245](#)
- [73] ASM International. Introduction to Aluminum-Silicon Casting Alloys. Technical report, 2004. [xiii](#), [7](#), [9](#)
- [74] R. Hill J. F. W. Bishop. A theoretical derivation of the plastic properties of polycrystalline face-centred metals. Phil. Mag., 42 :1298, 1951. [245](#)
- [75] R. Hill J. F. W. Bishop. A theory of the plastic distortion of a polycrystalline aggregate under combined stress. Phil. Mag., 42 :414, 1951. [245](#)
- [76] Anil K. Jain and Richard C. Dubes. Algorithms for clustering data. July 1988. [157](#)
- [77] Aurélie Jean. Etude d’un élastomère chargé de la nanostructure au macro-comportement. Technical report, Ecole des Mines de Paris, Paris, February 2009. [239](#)
- [78] Dominique Jeulin and Martin Ostoja-Starzewski, editors. Mechanics of Random and Multiscale Microstructures. Springer Vienna, Vienna, 2001. [242](#)

- [79] Jérôme Julien, Mihail Garajeu, and Jean-Claude Michel. A semi-analytical model for the behavior of saturated viscoplastic materials containing two populations of voids of different sizes. International Journal of Solids and Structures, 48(10) :1485–1498, May 2011. [119](#)
- [80] Lazar M. Kachanov. Rupture Time Under Creep Conditions. International Journal of Fracture, 97(1-4) :11–18, April 1999. [233](#)
- [81] LM Kachanov. Time of the rupture process under creep conditions. Isv. Akad. Nauk. SSR. Otd Tekh. Nauk, 1958. [106](#)
- [82] C Kammer. Aluminium-Taschenbuch. 1998. [14](#)
- [83] T. Kanit, S. Forest, I. Galliet, V. Mounoury, and D. Jeulin. Determination of the size of the representative volume element for random composites : statistical and numerical approach. International Journal of Solids and Structures, 40(13-14) :3647–3679, June 2003. [240](#)
- [84] Younis-Khalid Khdir, Toufik Kanit, Fahmi Zaïri, and Moussa Naït-Abdelaziz. A computational homogenization of random porous media : Effect of void shape and void content on the overall yield surface. European Journal of Mechanics - A/Solids, 49 :137–145, January 2015. [237](#)
- [85] Helmut Klöcker and Viggo Tvergaard. Growth and coalescence of non-spherical voids in metals deformed at elevated temperature. International Journal of Mechanical Sciences, 45(8) :1283–1308, August 2003. [236](#)
- [86] J. Koplik and A. Needleman. Void growth and coalescence in porous plastic solids. International Journal of Solids and Structures, 24(8) :835–853, January 1988. [235](#)
- [87] E Kröner. Zur plastischen verformung des vielkristalls. Acta Metallurgica, 9(2) :155–161, February 1961. [245](#)
- [88] E. Kröner. Bounds for effective elastic moduli of disordered materials. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 25(2) :137–155, April 1977. [242](#)
- [89] D. Kwon and R. J. Asaro. A study of void nucleation, growth, and coalescence in spheroidized 1518 steel. Metallurgical Transactions A, 21(1) :117–134, January 1990. [143](#)
- [90] Joël Lachambre, Julien Réthoré, Arnaud Weck, and Jean-Yves Buffiere. Extraction of stress intensity factors for 3D small fatigue cracks using digital volume correlation and X-ray tomography. International Journal of Fatigue, April 2014. [88](#)
- [91] L. Laiarinandrasana, A. Jean, D. Jeulin, and S. Forest. Modelling the effects of various contents of fillers on the relaxation rate of elastomers. Materials & Design, 33 :75–82, January 2012. [239](#)

- [92] L. Laiarinandrasana, A. Jean, D. Jeulin, and S. Forest. Reprint of : Modelling the effects of various contents of fillers on the relaxation rate of elastomers. Materials & Design, 35 :839–846, March 2012. [239](#)
- [93] C. Landron, O. Bouaziz, E. Maire, and J. Adrien. Characterization and modeling of void nucleation by interface decohesion in dual phase steels. Scripta Materialia, 63(10) :973–976, November 2010. [63](#)
- [94] Fernando Lasagni, Bernhard Mingler, Myriam Dumont, and Hans Peter Degischer. Precipitation kinetics of Si in aluminium alloys. Materials Science and Engineering : A, 480(1-2) :383–391, May 2008. [21](#)
- [95] B.J. Lee and M.E. Mear. Axisymmetric deformation of power-law solids containing a dilute concentration of aligned spheroidal voids. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 40(8) :1805–1836, November 1992. [236](#)
- [96] N Lenoir, M Bornert, J Desrues, P Bésuelle, and G Viggiani. Volumetric digital image correlation applied to X-ray microtomography images from triaxial compression tests on argillaceous rock. Strain, 2007. [88](#)
- [97] Jian Li, M. Elmadagli, V.Y. Gertsman, J. Lo, and A.T. Alpas. FIB and TEM characterization of subsurfaces of an Al-Si alloy (A390) subjected to sliding wear. Materials Science and Engineering : A, 421(1-2) :317–327, April 2006. [35](#)
- [98] R.X Li, R.D Li, Y.H Zhao, L.Z He, C.X Li, H.R Guan, and Z.Q Hu. Age-hardening behavior of cast Al-Si base alloy. Materials Letters, 58(15) :2096–2101, June 2004. [12](#)
- [99] T.H. Lin. Analysis of elastic and plastic strains of a face-centred cubic crystal. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 5(2) :143–149, March 1957. [245](#)
- [100] G. Liu, S. Scudino, R. Li, U. Kühn, J. Sun, and J. Eckert. Coupling effect of primary voids and secondary voids on the ductile fracture of heat-treatable aluminum alloys. Mechanics of Materials, 43(10) :556–566, October 2011. [119](#)
- [101] YL Liu, SB Kang, and HW Kim. The complex microstructures in an as-cast Al-Mg-Si alloy. Materials Letters, 41(December) :267–272, 1999. [xiii](#), [17](#)
- [102] Kamel Madi, Samuel Forest, Michel Boussuge, Sylvain Gailliègue, Emilie Lataste, Jean-Yves Buffière, Dominique Bernard, and Dominique Jeulin. Finite element simulations of the deformation of fused-cast refractories based on X-ray computed tomography. Computational Materials Science, 39(1) :224–229, March 2007. [239](#)
- [103] P.E. Magnusen, E.M. Dubensky, and D.A. Koss. The effect of void arrays on void linking during ductile fracture. Acta Metallurgica, 36(6) :1503–1509, June 1988. [144](#)
- [104] P.E. Magnusen, D.J. Srolovitz, and D.A. Koss. A simulation of void linking during ductile microvoid fracture. Acta Metallurgica et Materialia, 38(6) :1013–1022, June 1990. [144](#)

- [105] F. A. McClintock. A Criterion for Ductile Fracture by the Growth of Holes. Journal of Applied Mechanics, 35(2) :363, June 1968. [231](#), [232](#)
- [106] Michael A. Sutton; Stephen R. McNeill; Jinseng Jang; Majid Babai. Effects Of Sub-pixel Image Restoration On Digital Correlation Error Estimates. Optical Engineering, 27(10) :271070, October 1988. [76](#)
- [107] J.C. Michel and P. Suquet. The constitutive law of nonlinear viscous and porous materials. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 40(4) :783–812, May 1992. [119](#)
- [108] L.F. Mondolfo. Aluminum Alloys. Elsevier, 1976. [14](#)
- [109] TF Morgeneyer, L Helfen, H Mubarak, and F Hild. 3D Digital Volume Correlation of Synchrotron Radiation Laminography images of ductile crack initiation : An initial feasibility study. Experimental Mechanics, 2013. [88](#)
- [110] T Mori and K Tanaka. Average stress in matrix and average elastic energy of materials with misfitting inclusions. Acta Metallurgica, 21(5) :571–574, May 1973. [243](#)
- [111] Nicolas Moulin, Estelle Parra-Denis, Dominique Jeulin, Christophe Ducottet, Annabelle Bigot, Elodie Boller, Eric Maire, Cécile Barat, and Helmut Klöcker. Constituent Particle Break-Up During Hot Rolling of AA 5182. Advanced Engineering Materials, 12(1-2) :20–29, February 2010. [144](#)
- [112] Alice Noreyan, Yue Qi, and Vesselin Stoilov. Critical shear stresses at aluminum-silicon interfaces. Acta Materialia, 56(14) :3461–3469, August 2008. [35](#)
- [113] Atsuyuki Okabe, Barry Boots, Kokichi Sugihara, and Sung Nok Chiu. Spatial Tessellations : Concepts and Applications of Voronoi Diagrams. 1992. [151](#)
- [114] W.C. Oliver and G.M. Pharr. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. Journal of Materials Research, 7(06) :1564–1583, January 1992. [220](#)
- [115] N. Osipov, A.-F. Gourgues-Lorenzon, B. Marini, V. Mounoury, F. Nguyen, and G. Cailleaud. FE modelling of bainitic steels using crystal plasticity. Philosophical Magazine, 88(30-32) :3757–3777, October 2008. [240](#)
- [116] Nikhil R Pal and Sankar K Pal. A review on image segmentation techniques. Pattern Recognition, 26(9) :1277–1294, September 1993. [24](#)
- [117] G. Papanicolau, A. Bensoussan, and J.-L. Lions. Asymptotic Analysis for Periodic Structures, volume 1978. 1978. [242](#)
- [118] Andrzej Pawlak. Cavitation during tensile deformation of isothermally crystallized polypropylene and high-density polyethylene. Colloid and polymer science, 291(4) :773–787, April 2013. [119](#)

- [119] G. Perrin and J.B. Leblond. Analytical study of a hollow sphere made of plastic porous material and subjected to hydrostatic tension-application to some problems in ductile fracture of metals. International Journal of Plasticity, 6(6) :677–699, January 1990. [235](#)
- [120] Gilles Perrin and Jean-Baptiste Leblond. Accelerated void growth in porous ductile solids containing two populations of cavities. International Journal of Plasticity, 16(1) :91–120, January 2000. [119](#)
- [121] R. Pyrz and B. Bochenek. Topological disorder of microstructure and its relation to the stress field. International Journal of Solids and Structures, 35(19) :2413–2427, July 1998. [151](#)
- [122] Ryszard Pyrz. Correlation of microstructure variability and local stress field in two-phase materials. Materials Science and Engineering : A, 177(1-2) :253–259, April 1994. [151](#)
- [123] Boas D. A. QianQian Fang. Tetrahedral mesh generation from volumetric binary and grayscale images. In 2009 IEEE International Symposium on Biomedical Imaging : From Nano to Macro, pages 1142–1145. IEEE, June 2009. [126](#)
- [124] Y.P. Qiu and G.J. Weng. The influence of inclusion shape on the overall elastoplastic behavior of a two-phase isotropic composite. International Journal of Solids and Structures, 27(12) :1537–1550, January 1991. [245](#)
- [125] A. Reuss. Berechnung der Fließgrenze von Mischkristallen auf Grund der Plastizitätsbedingung für Einkristalle . ZAMM - Zeitschrift für Angewandte Mathematik und Mechanik, 9(1) :49–58, 1929. [242](#), [243](#)
- [126] JR Rice. A path independent integral and the approximate analysis of strain concentration by notches and cracks. Journal of applied mechanics, 1968. [106](#)
- [127] J.R. Rice and D.M. Tracey. On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 17(3) :201–217, June 1969. [106](#), [231](#), [232](#)
- [128] Laurent Rineau and Mariette Yvinec. A generic software design for Delaunay refinement meshing. Computational Geometry, 38(1-2) :100–110, September 2007. [127](#)
- [129] G. Riontino and A. Zanada. A precipitation study of two rapidly solidified Al-Fe alloys. Materials Science and Engineering : A, 179-180 :323–326, May 1994. [12](#)
- [130] M Ristinmaa. Void growth in cyclic loaded porous plastic solid. Mechanics of materials, 26(227-245), 1997. [235](#)
- [131] S Roux, J Réthoré, and F Hild. Digital image correlation and fracture : an advanced technique for estimating stress intensity factors of 2D and 3D cracks. Journal of Physics D : Applied Physics, 42(21) :214004, November 2009. [88](#)

- [132] S Roux, J Réthoré, and F Hild. Digital image correlation and fracture : an advanced technique for estimating stress intensity factors of 2D and 3D cracks. Journal of Physics D : Applied Physics, 2009. 88
- [133] Raphael Salapete, Bruno Barlas, G. Morin, D. Massinon, Georges Cailletaud, and André Pineau. Modelling of fatigue damage in aluminum cylinder heads, 2006. 2
- [134] Enrique Sanchez-Palencia. Comportements local et macroscopique d'un type de milieux physiques heterogenes. International Journal of Engineering Science, 12(4) :331–351, April 1974. 242
- [135] A.M. Bruckstein S.D. Yanowitz. A new method for image segmentation. Comput. Vision Graphics Image Process., 46 :82–95, 1989. 24
- [136] S.G. G Shabestari. The effect of iron and manganese on the formation of intermetallic compounds in aluminum-silicon alloys. Materials Science and Engineering : A, 383(2) :289–298, October 2004. 10
- [137] M.T. Shehata. Application of image analysis in characterising dispersion of particles. Short Course on Image Analysis Applied to Mineral and Earth Sciences, Mineralogical Association of Canada, Ottawa, pages 119–132, 1989. 151, 152
- [138] W.Q. Shen, J.F. Shao, L. Dormieux, and D. Kondo. Approximate criteria for ductile porous materials having a Green type matrix : Application to double porous media. Computational Materials Science, 62 :189–194, September 2012. 119
- [139] H Si and K Gärtner. Meshing piecewise linear complexes by constrained Delaunay tetrahedralizations. Proceedings of the 14th international meshing ..., 2005. 127
- [140] V.K. Sikka, S.C. Deevi, S. Viswanathan, R.W. Swindeman, and M.L. Santella. Advances in processing of Ni3Al-based intermetallics and applications. Intermetallics, 8(9-11) :1329–1337, September 2000. 223
- [141] Hugh M. Smallwood. Limiting Law of the Reinforcement of Rubber. Journal of Applied Physics, 15(11) :758, April 1944. 242
- [142] W.F. Smith. Principles of Materials Science and Engineering. McGraw-Hill, New York, third edit edition, 1996. xiii, 13
- [143] O. P. Sørvik and C. Thaulow. GROWTH OF SPHEROIDAL VOIDS IN ELASTIC-PLASTIC SOLIDS. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 20(12) :1731–1744, December 1997. 236
- [144] W.A. Spitzig, R.E. Smelser, and O. Richmond. The evolution of damage and fracture in iron compacts with various initial porosities. Acta Metallurgica, 36(5) :1201–1211, May 1988. 151



- [145] MA Sutton, WJ Wolters, WH Peters, WF Ranson, and SR McNeill. Determination of displacements using an improved digital correlation method. Image and Vision Computing, 1(3) :133–139, August 1983. [69](#), [70](#)
- [146] G. P. Tandon and G. J. Weng. A Theory of Particle-Reinforced Plasticity. Journal of Applied Mechanics, 55(1) :126, March 1988. [245](#)
- [147] Benoit Tanguy. Modélisation de l’essai charpy par l’approche locale de la rupture : application au cas de l’acier 16MND5 dans le domaine de transition. Technical report, Ecole des mines de Paris, July 2001. [59](#)
- [148] S. Thuillier, E. Maire, and M. Brunet. Ductile damage in aluminium alloy thin sheets : Correlation between micro-tomography observations and mechanical modeling. Materials Science and Engineering : A, 558 :217–225, December 2012. [34](#), [61](#)
- [149] H. Tinet, H. Klöcker, and J. Le Coze. Damage analysis during hot deformation of a resulfurised stainless steel. Acta Materialia, 52(13) :3825–3842, August 2004. [114](#)
- [150] D. Tolnai, P. Townsend, G. Requena, L. Salvo, J. Lendvai, and H.P. Degischer. In situ synchrotron tomographic investigation of the solidification of an AlMg4.7Si8 alloy. Acta Materialia, 60(6-7) :2568–2577, April 2012. [xiii](#), [8](#)
- [151] S. Torquato. Morphology and effective properties of disordered heterogeneous media. International Journal of Solids and Structures, 35(19) :2385–2406, July 1998. [242](#)
- [152] V. Tvergaard and A. Needleman. Analysis of the cup-cone fracture in a round tensile bar. Acta Metallurgica, 32(1) :157–169, January 1984. [235](#)
- [153] Viggo Tvergaard. Influence of voids on shear band instabilities under plane strain conditions. International Journal of Fracture, 17(4) :389–407, August 1981. [234](#), [235](#)
- [154] Pierre-Guy Vincent. Modélisation micromécanique de la croissance et de la percolation de pores sous pression dans une matrice céramique à haute température. Endommagement, UNIVERSITE D’AIX-MARSEILLE I, November 2007. [120](#)
- [155] Pierre-Guy Vincent, Yann Monerie, and Pierre Suquet. Ductile damage of porous materials with two populations of voids. Comptes Rendus Mécanique, 336(1-2) :245–259, January 2008. [119](#)
- [156] Pierre-Guy Vincent, Yann Monerie, and Pierre Suquet. Porous materials with two populations of voids under internal pressure : I. Instantaneous constitutive relations. International Journal of Solids and Structures, 46(3-4) :480–506, February 2009. [119](#)
- [157] Pierre-Guy Vincent, Yann Monerie, and Pierre Suquet. Porous materials with two populations of voids under internal pressure : II. Growth and coalescence of voids. International Journal of Solids and Structures, 46(3-4) :507–526, February 2009. [119](#)

- [158] W. Voigt. Ueber die Beziehung zwischen den beiden Elasticitätsconstanten isotroper Körper. Annalen der Physik, 274(12) :573–587, 1889. [242](#), [243](#)
- [159] Georges Voronoi. Nouvelles applications des paramètres continus à la théorie des formes quadratiques. Deuxième mémoire. Recherches sur les paralléloèdres primitifs. Journal für die reine und angewandte Mathematik (Crelle's Journal), 1908(134) :198–287, January 1908. [151](#)
- [160] Q.G Wang and C.H Cáceres. The fracture mode in Al-Si-Mg casting alloys. Materials Science and Engineering : A, 241(1-2) :72–82, January 1998. [35](#)
- [161] Donald K. Ward, W.A. Curtin, and Yue Qi. Mechanical behavior of aluminum-silicon nanocomposites : A molecular dynamics study. Acta Materialia, 54(17) :4441–4451, October 2006. [35](#)
- [162] G.J. Weng. The overall elastoplastic stress-strain relations of dual-phase metals. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 38(3) :419–441, January 1990. [245](#)
- [163] J.R. Willis. Advances in Applied Mechanics Volume 21, volume 21 of Advances in Applied Mechanics. Elsevier, 1981. [242](#)
- [164] P.J. Wray, O. Richmond, and H.L. Morrison. Use of the Dirichlet tessellation for characterizing and modeling nonregular dispersions of second-phase particles. Metallography, 16(1) :39–58, February 1983. [151](#)
- [165] P. Wriggers and S.O. Moftah. Mesoscale models for concrete : Homogenisation and damage behaviour. Finite Elements in Analysis and Design, 42(7) :623–636, April 2006. [239](#)
- [166] S Xia, Y Qi, T Perry, and K Kim. Strength characterization of Al/Si interfaces : A hybrid method of nanoindentation and finite element analysis. Acta Materialia, 57(3) :695–707, February 2009. [35](#)
- [167] C.T. Zahn. Graph-Theoretical Methods for Detecting and Describing Gestalt Clusters. IEEE Transactions on Computers, C-20(1) :68–86, January 1971. [157](#)
- [168] J. Zeman and M. Šejnoha. Numerical evaluation of effective elastic properties of graphite fiber tow impregnated by polymer matrix. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 49(1) :69–90, January 2001. [239](#)
- [169] Caiming Zhong, Duoqian Miao, and Ruizhi Wang. A graph-theoretical clustering method based on two rounds of minimum spanning trees. Pattern Recognition, 43(3) :752–766, March 2010. [157](#)

## Références bibliographiques

---

---

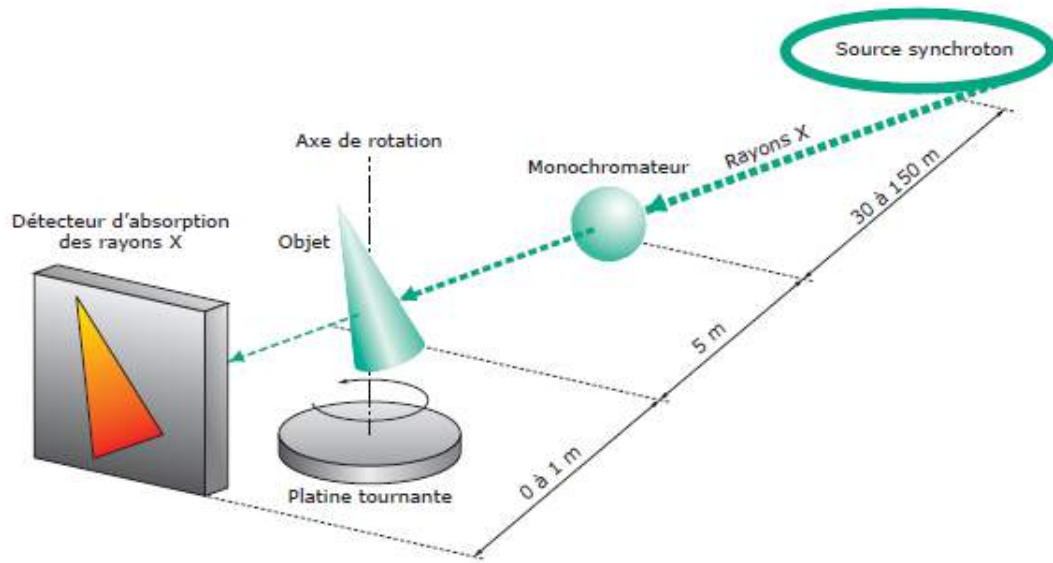
# Annexe 1 : Méthodes de caractérisation

## 1 Caractérisation par tomographie aux rayons X

La tomographie aux rayons X est une technique non destructive qui permet l'analyse 3D de corps volumiques en se basant sur l'absorption des éléments qui la composent. L'intérêt principal de la tomographie est de pouvoir extraire l'architecture interne d'un corps donné en 3D par des moyens de traitements d'images sophistiqués. La physique de la tomographie aux rayons X est basée sur la loi de Beer-Lambert qui calcule, le long d'un trajet donné du rayon X incident, le rapport entre le nombre de photons transmis  $N$  et le nombre de photons incidents  $N_0$ . Comme le montre l'expression (1), ce nombre dépend du coefficient d'absorption (ou d'atténuation linéique)  $\mu$  (en  $m^{-1}$ ) du matériau le long du trajet  $s$ .

$$\frac{N}{N_0} = \exp\left[-\int_s \mu_s ds\right] \quad (1)$$

Dans un cas général, l'absorption dépend de l'énergie des photons mais aussi de la capacité d'absorption de la matière traversée. Par conséquent l'énergie du rayonnement doit être adaptée aux matériaux que l'on veut observer. Une haute énergie est nécessaire pour garantir que les rayons X traversent des matériaux très massifs et absorbants, comme la plupart des métaux. Dans le cas qui nous concerne, le travail est effectué en faisceau monochromatique c'est-à-dire que tous les photons ont la même énergie. La projection de  $\mu$  varie donc en fonction de la composition et de l'épaisseur du matériau traversé. Chaque point d'un détecteur placé derrière un objet irradié reçoit un nombre de photons dépendant du chemin traversé. Si le matériau est homogène, le nombre de photons reçus ne dépend que de l'épaisseur traversée. Si le matériau est hétérogène, ce nombre dépend également de l'atténuation locale en tout point du matériau. Cette variation est à l'origine du contraste détectée en radioscopie d'absorption des rayons X.



**Figure A.1** – Schéma du dispositif expérimental classique de la tomographie aux rayons X

Un dispositif de tomographie aux rayons X est composé de quatre parties (figure A.1) : une source de rayons X caractérisée par sa plage d'énergie, un système d'acquisition des données que constitue un détecteur fluorescent, une caméra CCD et enfin une plateforme tournante sur laquelle est fixée l'échantillon à balayer. Le rayonnement X de l'ESRF est obtenu par le rayonnement émis tangentiellement par les électrons accélérés et déviés par un champ magnétique dans l'anneau du synchrotron. Il s'agit d'un synchrotron de troisième génération, les électrons qui produisent la radiation ont une énergie de 6 GeV.

## 2 Orientation cristalline par EBSD

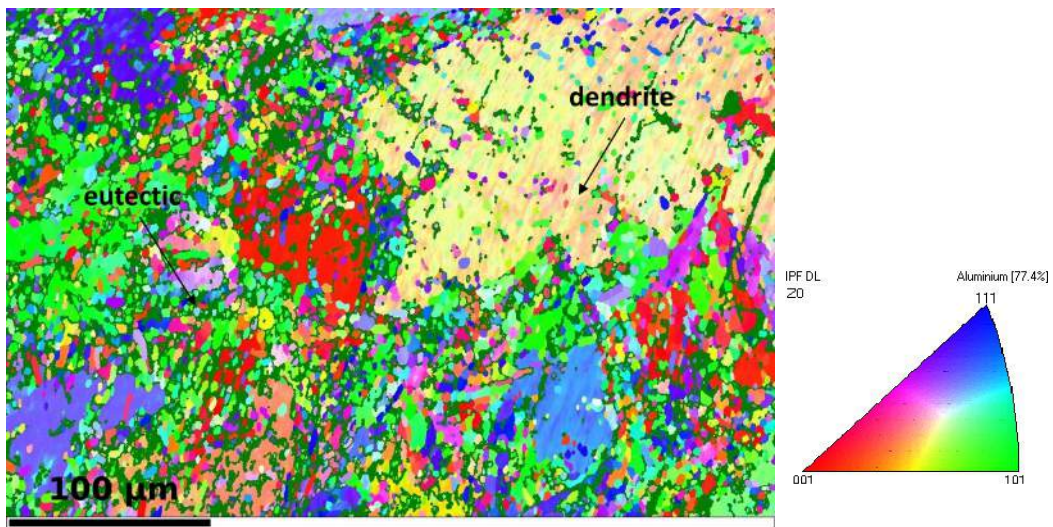
Vu la complexité des microstructures dans les alliages de coulée, il serait intéressant de pouvoir observer l'orientation cristalline des grains. Pour cela nous avons utilisé la technique EBSD à l'aide du microscope JEOL de l'ENSMSE. C'est une technique d'analyse de surface non destructive qui nécessite une préparation spécifique et rigoureuse de l'échantillon. Lors des mesures par EBSD, un faisceau d'électrons est utilisé en mode focalisé et balaye la zone à analyser point par point. Dans nos études, l'échantillon est tilté d'un angle voisin de  $70^\circ$ . À ce faisceau d'électrons monocinétique est associé une longueur d'onde  $\lambda$ . Une partie du faisceau d'électrons est rétrodiffusée par la surface de l'échantillon et est captée par la caméra. Les électrons sont rétrodiffusés préférentiellement sur un cône de demi angle  $\theta$ , selon la loi de

Bragg :

$$2d_{hkl}\sin(\theta) = n\lambda \quad (2)$$

L'interprétation du contraste sur le détecteur permet d'obtenir les pseudo-lignes de Kikuchi. L'espacement entre ces lignes est relié au paramètre de maille du cristal diffractant  $d_{hkl}$  tandis que leur position est reliée à l'orientation cristallographique dans l'espace de la zone rencontrée par le faisceau. Le traitement des figures de diffraction est appelé indexation en références aux indices des plans cristallins. Cette technique est largement utilisée aujourd'hui en science des matériaux, cependant la préparation stricte des échantillons reste assez lourde de mise en oeuvre. Comme c'est le cas pour notre matériau, obtenir une surface plane pour des matériaux hétérogènes contenant des phases très dures est très difficile. En effet, la qualité des bandes de Kikuchi obtenue dépend de la quantité de défauts présents au voisinage de la surface. La cartographie est donc directement liée à l'état de surface (la rugosité introduit des écarts sur l'angle optimal de  $70^\circ$ ) et aussi à l'écrouissage de la surface dû au polissage (les dislocations perturbent l'indexation).

Afin de préparer les surfaces, nous avons effectué un polissage mécanique. Pour ôter la fine couche écrouie par le polissage nous avons effectué une finition à la silice colloïdale. Le pilotage, l'acquisition et le post-traitement sont réalisés avec le logiciel Channel5. Le pas du faisceau incident a été fixé à  $0.3 \mu\text{m}$  pour atteindre un pourcentage d'indexation acceptable. La figure A.2 montre une cartographie EBSD d'une zone de notre échantillon qui a auparavant subi un traitement thermique de sphéroidisation. Le critère de désorientation critique a été fixé à  $15^\circ$ .



**Figure A.2** – Cartographie EBSD de l'orientation des grains après traitement thermique

Le taux d'indexation maximum que nous avons pu obtenir est d'environ 70%, ce qui est

tout de même acceptable pour notre matériau. Nous verrons dans le paragraphe 3 que malgré les précautions prises, la surface de notre échantillon reste rugueuse notamment au voisinage des intermétalliques. Nous pouvons voir sur la figure A.2 que aucun des intermétalliques n'a été indexés et apparaissent par conséquent en vert foncé. Par contre le taux d'indexation pour la matrice d'aluminium et les particules de silicium est plutôt correct. Nous pouvons ainsi deviner à travers la cartographie EBSD les particules de silicium à travers les petits grains globulaires et dispersés. On les retrouve plus fréquemment dans la zone eutectique qui se caractérise ici par la zone comprenant le plus de joints de grains. Nous pouvons aussi remarquer que les structures dendritiques grossières ont la même orientation cristalline et leur forme apparaît très clairement.

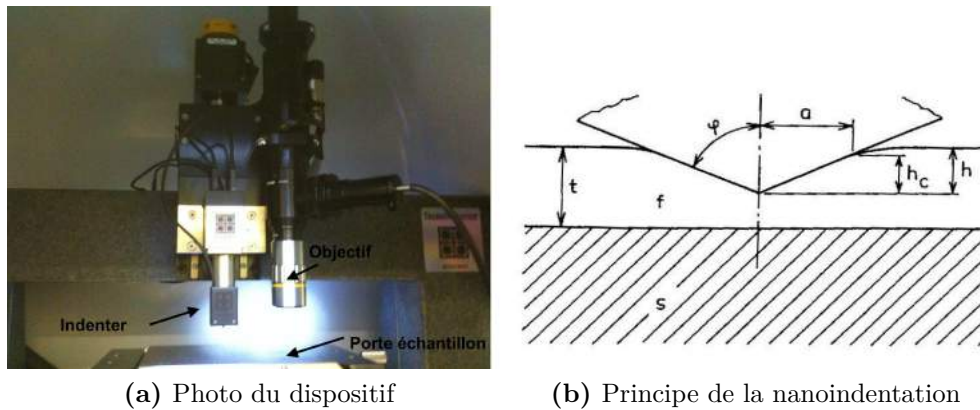
### 3 Nanoindentation

Ces dernières années ont vu grandir un intérêt considérable pour les techniques de caractérisation par nanoindentation. La nanoindentation est une technique d'indentation instrumentée permettant la détermination des propriétés mécaniques locales des matériaux. L'objectif de la nanoindentation est d'extraire la dureté et le module élastique de couches minces en interprétant la courbe force-pénétration de l'indenteur. En effet durant le test d'indentation un système d'acquisition permet d'enregistrer la force appliquée en fonction de la profondeur de pénétration. En prenant en compte sa forme, la pénétration de l'indenteur permet d'estimer l'aire de contact avec la couche mince. On peut ensuite en déduire la pression de contact puis la dureté du matériau. L'essai de nanoindentation se caractérise par une phase de chargement suivi d'une décharge. La validité des résultats de dureté et de module élastique dépendent fortement des lois de dépouillement. Les lois de dépouillements ne consistent pas seulement calculer les paramètres que l'on cherche à identifier mais aussi à corriger les erreurs systématiques induites par la méthode. Pour les présentes expériences nous avons utilisé le nanoindenteur de l'Université Technologique de Vienne en Autriche qui permet des mesures de force de l'ordre du millinewton ( $10^{-3}$ N) avec une incertitude de l'ordre ( $10^{-9}$  N). La profondeur de pénétration est de l'ordre du micron avec une incertitude de  $10^{-9}$  m). Le modèle de dépouillement utilisé pour l'estimation de la pente élastique de décharge est celui proposé par Oliver et Pharr [114] :

$$F = k(h - h_c)^m \quad (3)$$

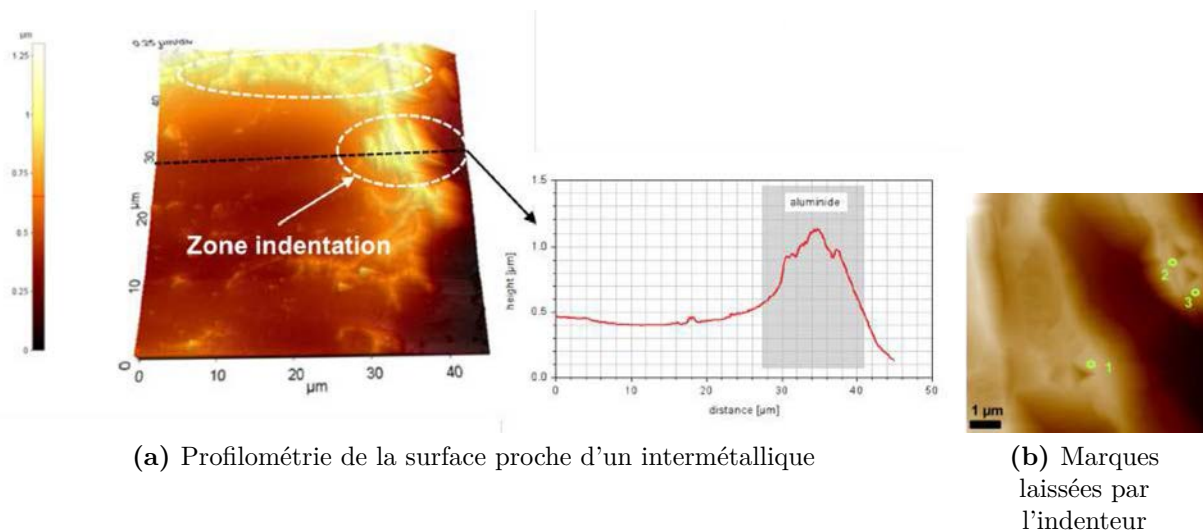
$k$   $m$  et  $h_c$  sont les paramètres à identifier pour se rapprocher au mieux de la pente de décharge élastique. Il s'agit du modèle le plus largement utilisé.





**Figure A.3** – Dispositif de nanoindentation-Université technologique de Vienne(Autriche)

La technique de la nanoindentation est très sensible l'état de surface. Par conséquent les échantillons doivent être polis avec le souci d'avoir des surfaces aussi planes que possible. Nos échantillons ont été initialement enrobés puis polis mécaniquement en utilisant des papiers abrasifs au diamant. Un polissage de finition l'OP-S a été réalisé. Sur la figure A.4 on peut observer l'état de la surface après polissage en traçant la profilométrie de surface. On peut remarquer les différences de niveaux entre la matrice d'aluminium et la particule intermétallique de l'ordre de  $1\mu\text{m}$ . Ceci indique *a priori* une grande différence de dureté entre la matrice et les particules intermétalliques en accord avec ce qui avait été montré dans la figure I.4

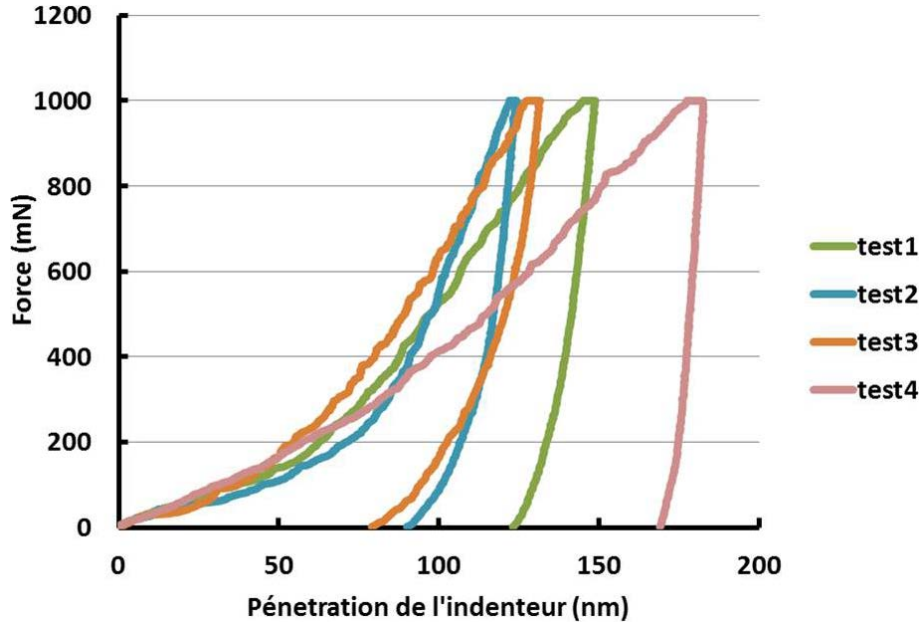


**Figure A.4** – Essai de nanoindentation

Nous avons fait plusieurs indentations notamment sur les intermétalliques et les particules de silicium qui sont facilement discernables au microscope optique. La figure A.5 montre un

## Annexe 1 : Méthodes de caractérisation

exemple de courbe force-pénétration de l'indenteur sur un intermétallique. Il faut noter que deux types d'intermétalliques composent notre matériau (voir I.17), mais ils sont quasi indissociables au microscope optique. Ainsi, pour la suite de nos travaux, par un souci de simplification, nous regrouperons tous les intermétalliques et considérerons la moyenne de leurs propriétés.



**Figure A.5** – Exemple de courbe force-pénétration obtenue après nanodindentation pour une force maximale appliquée de 1 N

Dans une première étape, l'aire de contact  $A$  entre l'échantillon et l'indenteur est estimée en fonction de la forme et de la course de l'indenteur. Nous avons utilisé un indenteur de type Berkovich. L'aire de contact  $A$  peut s'exprimer en fonction de la force maximale appliquée  $F$  :

$$F = p_m * A \quad (4)$$

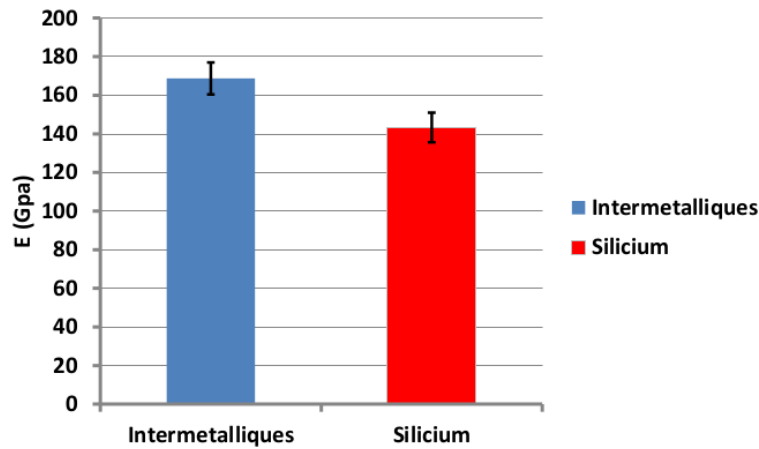
et

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{K}{\sqrt{A}} \quad (5)$$

avec  $K$  la pente élastique lors de la décharge, on a  $K = \frac{dF}{dh}$ . On détermine ensuite le module d'élasticité par la formule :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} + \frac{1 - \nu^2}{E} \quad (6)$$

$E_r$  est le module réduit,  $E_i$  le module de l'indenteur,  $E$  le module d'Young du matériau que l'on cherche et  $\nu$  le coefficient de Poisson.



**Figure A.6** – Module identifié par la campagne de nanoindentation

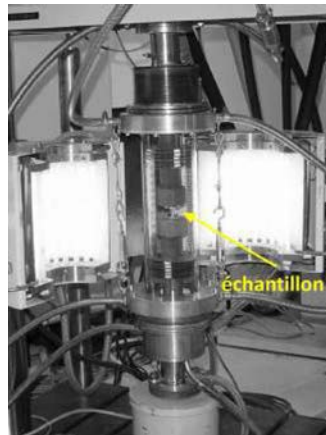
Phases	E (Gpa)	$\nu$	$\sigma_u$ (Mpa)
Silicium	145	0.28	—
Intermétalliques	165	0.28	800 – 1000
Aluminium	70	0.3	—

**Tableau A.1** – Caractéristiques mécaniques retenues pour les différentes phases

La figure A.6 montre les résultats obtenus lors de la campagne d'essai sur les intermétalliques et le silicium. Le tableau A.1 montre les paramètres retenus pour chacune des phases pour la suite de nos travaux. Nous ne connaissons pas exactement la contrainte à rupture des intermétalliques qui sont présents dans le matériau étudié ; néanmoins quelques auteurs [13, 36, 140] ont proposé des valeurs de contrainte à rupture pour des intermétalliques au fer et au nickel . Nous les utiliserons comme indication.

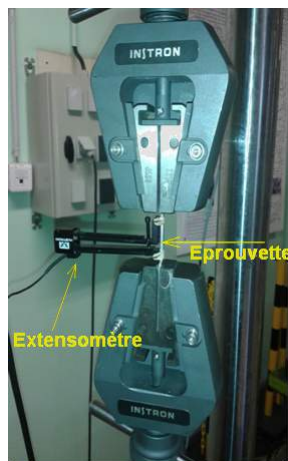
## 4 Moyens d'essais mécanique

La figure A.7 montre le dispositif expérimental de l'ENSMSE. Les éprouvettes de compressions sont de forme cylindrique avec un diamètre de 6.6 mm pour une hauteur de 10 mm. Tous les essais de compression ont été réalisés à température ambiante. Les échantillons ont été préalablement enrobés dans un film de Téflon® pour atténuer les frottements. La vitesse de déformation imposée est de  $10^{-4} s^{-1}$ .

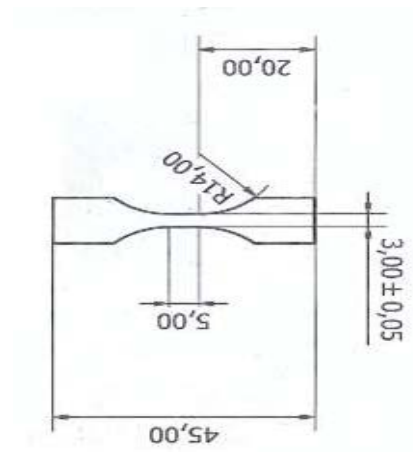


**Figure A.7** – Dispositif expérimental de compression - ENSMSE

La figure A.8 montre les dimensions des éprouvettes utilisées pour l'essai.



(a) Montage de traction



(b) Dimensions l'éprouvette de traction (mm)

**Figure A.8** – Eprouvette et dispositif de traction de l'ENSMSE

---

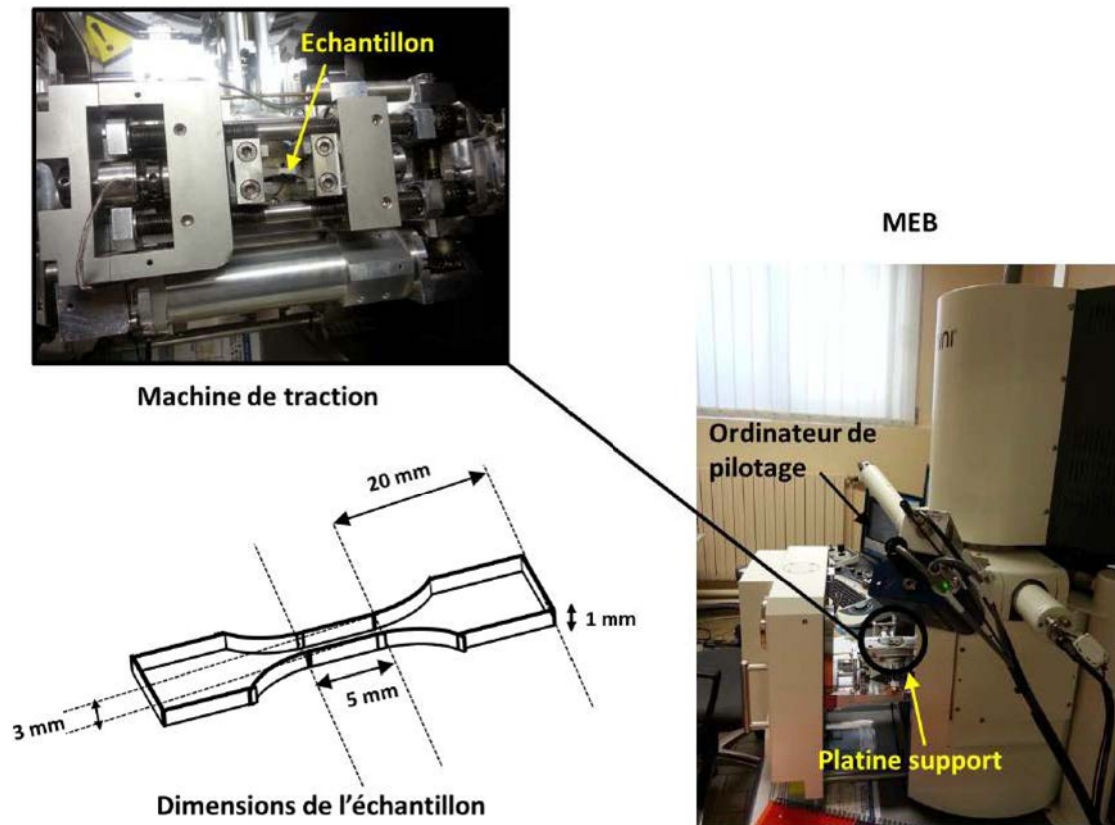
## Annexe 2 : Moyens de caractérisation *in situ*

### 5 Essai *in situ* au microscope électronique à balayage

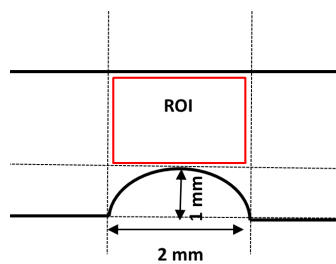
Le MEB de la marque ZEISS de l'ENSMSE est aménagé pour recevoir un banc de traction uni axiale. La figure [A.1](#) montre une photo du MEB et du dispositif de traction. Le pilotage du dispositif se fait en déplacement. Lors de l'essai, la charge est mesurée à l'aide d'un capteur de force d'une capacité 10 kN. Un système de mesure de l'écartement relatif des mors permet de mesurer le déplacement imposé.

Des éprouvettes lisses et plates ont été utilisées pour cette expérience. Les éprouvettes ont été découpées dans un bloc obtenu par le procédé squeeze-casting (voir figure [I.14](#)). La découpe a été réalisée en utilisant les scies à fil de la société SOPREFIL. La zone utile de l'éprouvette fait 5 mm pour 1 mm d'épaisseur et 3 mm de largeur (voir [A.1](#)). Après la découpe, les échantillons sont soigneusement polis pour avoir une surface aussi plane que possible en utilisant le même procédé que celui utilisé pour les échantillons de nanoindentation ([3](#)). Les bords des échantillons ont aussi été polis pour gommer les défauts de surface qui peuvent donner naissance à des départs de fissure. Vu que les zones d'observation à fort grossissement sont de l'ordre de quelques micromètres, quelques échantillons sont munis d'une encoche de forme circulaire afin de localiser la déformation.

Lors de l'acquisition des images (quelques minutes) l'essai de traction est arrêté. La figure [II.1](#) montre un exemple de courbe force-déplacement obtenue lors d'un essai de traction sur un échantillon préalablement mis en solution pendant 4h. Les pics de décharge correspondent aux instants d'acquisition des images. Les différentes phases de cette courbe montrent les caractéristiques typiques d'un mécanisme d'endommagement ductile : déformation élasto-plastique puis ruine de la structure par une propagation de fissure macroscopique.



(a) Dispositif de traction et géométrie de l'échantillon



(b) Géométrie de l'entaille

**Figure A.1** – Expérience d'observation *in situ* au microscope électronique à balayage

## 6 Essai *in situ* en tomographie aux rayons X à l'ESRF

### 6.1 Description de l'expérience

#### 6.1.1 L'échantillon

L'échantillon utilisé pour l'essai de tomographie aux rayons X a été découpé dans le même bloc que celui utilisé pour les essais de traction *in situ* au MEB. Le schéma et les dimensions de l'éprouvette sont présentés sur la figure A.3. L'échantillon dispose d'une section carrée de 1x1mm de côté. La longueur utile de l'échantillon est de 3 cm. Seulement une région 1.1 mm de long peut être reconstruite (voir 6.1.2). Par conséquent afin de localiser les déformations et de pouvoir observer l'endommagement une entaille de forme elliptique a été introduite (voir A.3). L'échantillon a été préalablement traité thermiquement par un vieillissement artificiel de 2h puis un traitement de mise en solution pendant 4h.

#### 6.1.2 La tomographie sur la ligne ID15 ESRF

Un paramètre important, qu'il faut nécessairement prendre en compte lors d'un essai de traction *in situ* aux rayons X, est le temps de scan de l'échantillon lors de la sollicitation. En effet l'alliage AlSi12Ni est un matériau disposé au fluage. Vu que l'essai de traction est arrêté au moment de l'acquisition, il faut que cette dernière puisse être faite sans pour autant qu'on ait une trop grande évolution de la microstructure. Des systèmes d'acquisition rapides ont été développés à l'ID15 de l'ESRF pour permettre des essais de traction-compression *in situ*. Les progrès de ces dernières années permettent même d'acquérir des radiographies en moins de 10 s. La ligne ID15 dispose d'un faisceau rose d'énergie variant de 40 à 300 keV venant d'un onduleur. Pour chaque section de l'échantillon, 850 projections ont été réalisées en faisant tourner l'échantillon entre 0° et 180°, pour chaque projection le temps de scan dure 18 ms soit 16 s de temps d'acquisition pour un scan complet de la zone d'intérêt. La taille d'un voxel fait  $1.4 \times 1.4 \times 1.4 \mu\text{m}^3$  et le volume total reconstruit fait  $1.4 \times 1.4 \times 1.1 \text{mm}^3$  ( $1027 \times 1027 \times 801$  voxels<sup>3</sup>). Il faut noter que le temps d'acquisition est ici encore plus petit que le temps d'acquisition des images MEB.

#### 6.1.3 La machine de traction

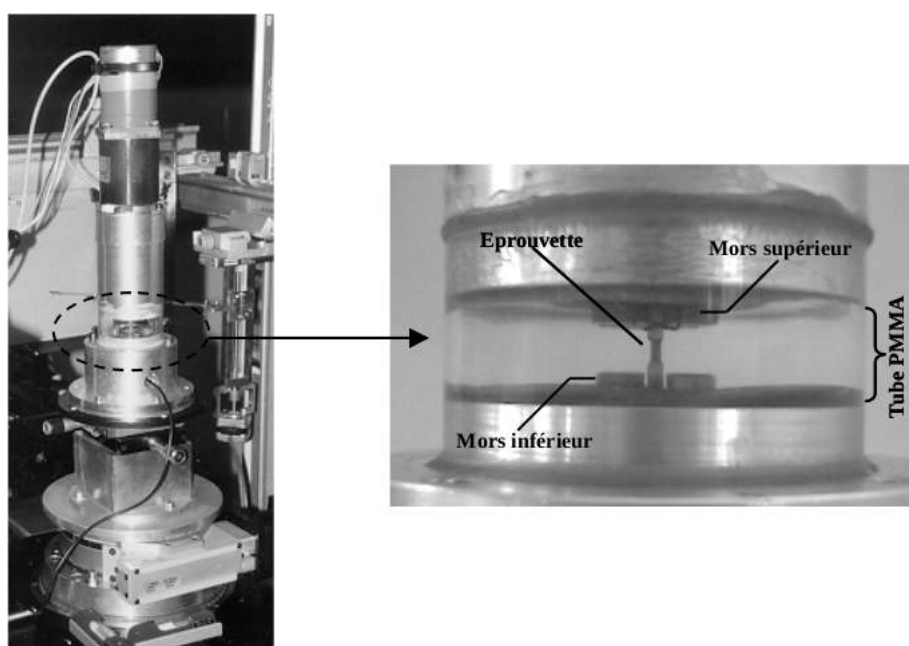
La machine de traction de l'INSA de Lyon a été utilisée pour cette expérience. Cette machine de traction est spécialement développée pour des essais *in situ* pouvant être montée sur les bancs d'essai de l'ESRF. La machine a été conçue par Michaud [11]. Un tube PMMA assure le transfert



## Annexe 2 : Moyens de caractérisation *in situ*

---

de charge entre les mors inférieurs et supérieurs. Cette machine peut être utilisée autant pour des essais de traction que pour des essais de compression avec une charge maximale de 5000 N. Un ordinateur permet de piloter l'essai en déplacement imposé en mesurant l'écartement relatif des mors, une cellule de force permet de mesurer l'effort au cours de la traction. La vitesse de déformation imposée est de l'ordre de  $10^{-4}\text{s}^{-1}$ . La figure II.10 montre la courbe de force déplacement obtenue après l'essai. Nous avons effectué 26 scans entre l'état non sollicité et jusqu'à la rupture de l'éprouvette.



**Figure A.2** – Machine de traction *in situ* de l'INSA LYON [11]

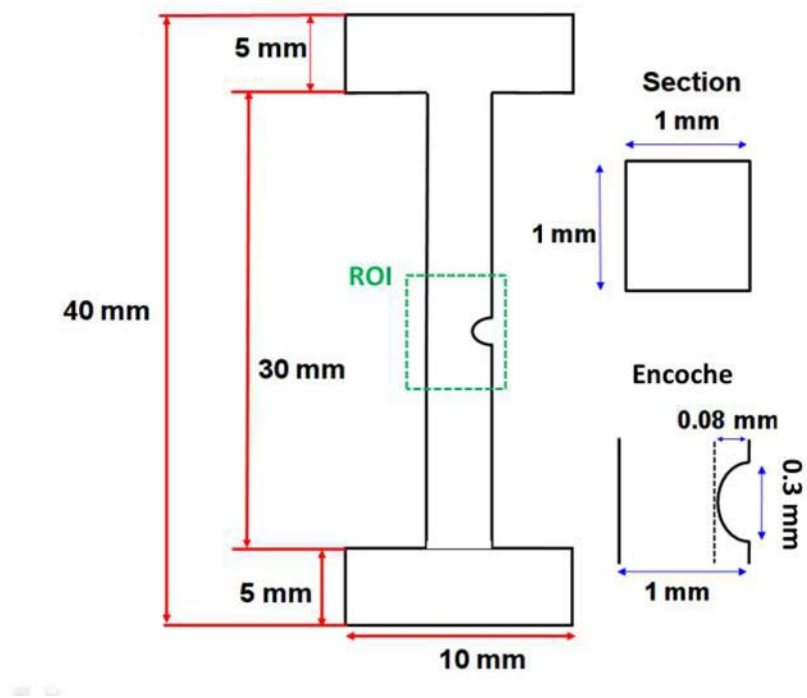


Figure A.3 – Géométrie de l'éprouvette



---

## Annexe 3 : Elément de bibliographie sur l'endommagement des matériaux ductiles

### 7 Modèles non couplés d'endommagement des matériaux ductiles

Les modèles non couplés de l'endommagement sont les premiers à avoir vu le jour. On parle de modèle non couplé de l'endommagement lorsque qu'on considère que l'évolution des défauts dans la matrice n'a pas d'effet sur le comportement macroscopique du matériau. Le matériau garde le comportement de la matrice à l'infini. Les premiers modèles sont ceux de McClintock [105], qui développe en 1968 au MIT des équations pour décrire, la croissance d'une cavité cylindrique noyée dans une matrice infinie. Dans le cas où la matrice est écrouissable et obéit à une loi puissance du type  $\sigma = K\varepsilon^n$ , où K est un paramètre matériau et n le coefficient d'écrouissage, il propose une équation donnant la vitesse de croissance  $\dot{R}$  de cette cavité en fonction de la vitesse de la déformation macroscopique  $\dot{E}p$  imposée telle que :

$$\frac{\dot{R}}{R} = \left\{ \frac{\sqrt{3}}{2(1-n)} \sinh \left[ \sqrt{3}(1-n) (T^\infty) \right] \right\} \dot{E}p \quad (1)$$

Où R représente le rayon moyen de la cavité et,  $T^\infty$  représente la triaxialité à l'infini. On définit la triaxialité comme étant le rapport entre la contrainte hydrostatique et la contrainte équivalente telle que :

$$T^\infty = \Sigma_H / \Sigma_{eq} \quad (2)$$

La notion novatrice de l'équation de McClintock [105] est certainement la dépendance forte de la croissance de la cavité en fonction de la triaxialité. Une année plus tard, en 1969 Rice et Tracey [127] proposent une autre approche en modélisant une cavité sphérique noyée dans

### Annexe 3 : Elément de bibliographie sur l'endommagement des matériaux ductiles

---

une matrice plastique, incompressible et infinie. Cette matrice est soumise à un chargement axisymétrique à l'infini. Ils proposent l'équation suivante :

$$\frac{\dot{R}}{R} = 0.558 \sinh\left(\frac{3T^\infty}{2}\right) + 0.008\nu \cosh\left(\frac{3T^\infty}{2}\right) \quad (3)$$

avec :

$$\nu = -\frac{3\dot{\epsilon}_{II}^\infty}{\dot{\epsilon}_I^\infty - \dot{\epsilon}_{III}^\infty} \quad (4)$$

ou  $\dot{\epsilon}_I^\infty \geq \dot{\epsilon}_{II}^\infty \geq \dot{\epsilon}_{III}^\infty$  sont les composantes principales du tenseur des vitesses de déformation à l'infini. Le paramètre  $\nu$  sert à tester plusieurs cas de chargement possibles en faisant varier sa valeur de 1 à -1. Ainsi pour  $\nu = -1$  on a une compression simple, pour  $\nu = 0$  on a un cisaillement simple et une traction pour  $\nu = +1$

Pour de grandes triaxialités, et sous un chargement uniaxial en déformation, Rice et Tracey [127] simplifient l'équation précédente en :

$$\frac{\dot{R}}{R} = 0.283 \exp\left(\frac{3T^\infty}{2}\right) \quad (5)$$

Comme dans le modèle de McClintock [105] on voit que la triaxialité a une influence exponentielle sur la croissance de la cavité. Cette relation a été reprise et discutée par Huang [70], lors de travaux en collaboration avec Hutchinson et Tvergaard (Huang et al.[71]) Huang conclut que le modèle proposé par Rice et Tracey [127] sous-estime la vitesse de croissance de la cavité sphérique. En enrichissant la formulation variationnelle de Rice et Tracey, par de nouveaux champs tests, il propose la relation suivante pour des triaxialités modérées :

$$\frac{\dot{R}}{R} = \left[0.427(T^\infty)^{1/4} \exp\left(\frac{3T^\infty}{2}\right)\right] \dot{\epsilon} \quad si \quad \frac{1}{3} \leq T^\infty \leq 1 \quad (6)$$

Pour des grandes triaxialité on a :

$$\frac{\dot{R}}{R} = \left[0.427 \exp\left(\frac{3T^\infty}{2}\right)\right] \dot{\epsilon} \quad si \quad T^\infty \geq 1 \quad (7)$$

Pour aller encore plus loin, Budiansky et Slutsky [26] en 1982 développent des modèles prenant en compte l'évolution d'une cavité sphérique dans une matrice viscoplastique, ils montrent ainsi que la nature visqueuse de la matrice, combinée à des triaxialités élevées, augmente significativement le taux de croissance de la cavité.

Tout ces modèles montrent que le taux de croissance d'une cavité est proportionnel au taux de

déformation équivalente et est une fonction exponentielle du taux de triaxialité des contraintes. Par ailleurs ces modèles ignorent l'interaction entre cavités lorsque la porosité devient importante.

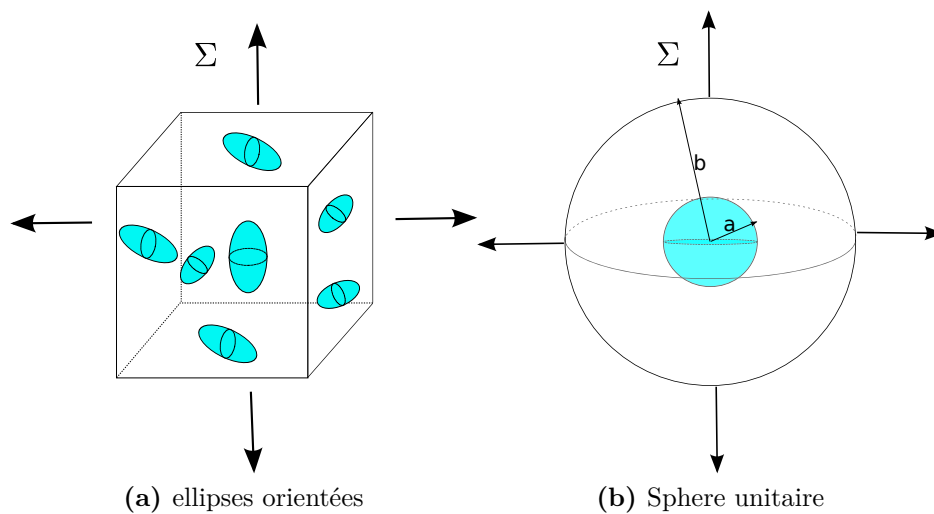
## 8 Modèles couplés d'endommagement des matériaux ductiles : le modèle de Gurson

On parle de modèle d'endommagement couplé lorsqu'on considère que l'évolution des cavités dans la matrice affecte le comportement macroscopique du matériau lors du chargement. Une variable d'endommagement est alors introduite et rend compte de l'état de l'endommagement [31, 60, 80].

Le modèle de Gurson [60] est un modèle couplé qui se base sur la description d'une sphère noyée dans une matrice finie (voir figure A.1). Le modèle de Gurson est obtenu en combinant homogénéisation et analyse limite. Il permet de modéliser l'évolution de cavités évoluant indépendamment et orientées aléatoirement sous forme d'une cavité sphérique noyée dans une matrice. Le modèle de Gurson repose sur un critère d'écoulement plastique qui fait intervenir la variable  $f$  définissant la porosité :

$$f = \frac{a^3}{b^3} \quad (8)$$

où  $a$  est le rayon de la cavité et  $b$  est le rayon du volume entourant la cavité (voir figure A.1).



**Figure A.1** — Schématisation de la sphère de Gurson :  $\Sigma$  est la contrainte macroscopique

## Annexe 3 : Elément de bibliographie sur l'endommagement des matériaux ductiles

---

La fonction de charge de Gurson dépend de la porosité mais aussi fortement de la triaxialité et s'écrit :

$$\Phi_G(\Sigma_H, \Sigma_{eq}, f) = \frac{\Sigma_{eq}^2}{\sigma_0^2} + 2f \cosh\left(\frac{3}{2} \frac{\Sigma_H}{\sigma_0}\right) - (1 + f^2) = 0, \quad (9)$$

ou  $\sigma_0$  représente la contrainte d'écoulement du matériau sain et  $\Sigma_{eq}$  la contrainte de von Mises. La vitesse de déformation plastique est dérivée de la fonction d'écoulement et s'écrit :

$$\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^p = \dot{\lambda} \frac{\partial \Phi_G}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} \quad (10)$$

ou  $\dot{\lambda}$  est le multiplicateur plastique. La vitesse d'accroissement de la porosité dépend de la déformation plastique et s'écrit :

$$\dot{f} = (1 - f) \dot{\varepsilon}_{kk}^p \quad (11)$$

Dans le modèle de Gurson l'augmentation de la porosité modifie la surface de charge de la fonction d'écoulement de manière exponentielle, ce qui conduit à une perte de rigidité globale jusqu'à la rupture du matériau. Nous remarquerons que si  $f$  est nulle, nous retrouvons le critère de von Mises. Comme pour les modèles non couplés, le modèle de Gurson [60] ne prend pas en compte l'interaction entre les cavités. Des améliorations ont été apportées pour résoudre ce problème.

## 9 Le modèle de Gurson modifié : GTN

Le modèle de Gurson permet de bien décrire la phase de croissance des cavités. Mais, dès lors que la porosité devient importante, le modèle ne prend plus en compte l'interaction forte des cavités entre elles. En effet lorsque la porosité devient importante les cavités coalescent pour former au stade final une fissure qui va conduire à la ruine du matériau. Dans cette phase, la porosité évolue beaucoup plus vite que s'il ne s'agissait que de la croissance d'une cavité individuelle. En 1981 Tvergaard [153] introduit trois paramètres  $q_1$   $q_2$  et  $q_3$  au modèle de Gurson original, on l'appelle alors le modèle GT :

$$\Phi_G(\Sigma_H, \Sigma_{eq}, f) = \frac{\Sigma_{eq}^2}{\sigma_0^2} + 2q_1 f \cosh\left(\frac{3q_2}{2} \frac{\Sigma_H}{\sigma_0}\right) - (1 + q_3 f^2) = 0, \quad (12)$$

Il n'y a pas de valeur universelle de ces paramètres et plusieurs auteurs proposent des valeurs qui restent proches les unes des autres :

- $q_1 = 1$  pour Gurson [60]



- $q_1 = 1.5$  pour Tvergaard [153]
- $q_1 = 1$  pour Koplik et Needleman [86]
- $q_1 = 1.47$  pour Perrin et Leblond [119]

La valeur  $q_3=q_1^2$  fait l'objet d'un consensus dans la littérature et a été introduite par Tvergaard [153].

Tvergaard choisit la valeur 1 pour le paramètre  $q_2$  pour un chargement monotone et reste celui généralement adopté. Besson [22] propose  $q_2=1.02$  pour un cas de chargement cyclique, alors que Ristinmaa [130] propose une valeur de 0.82 pour des cas chargement à très faible nombre de cycles.

Le modèle GT donne de bons résultats pour la prédiction de la croissance des cavités. Mais, jusque là rien ne décrit comment sont créées ces cavités. Chu et Needleman [33] complètent le modèle en rajoutant une loi de germination des cavités. Ils considèrent que la loi de germination dépend exclusivement de la déformation plastique. Soit  $f_n$  la fraction volume de vides nucléés, ils écrivent :

$$\dot{f}_n = A \dot{\varepsilon}_{eq}^p \quad (13)$$

Une distribution gaussienne est choisie pour le coefficient  $A$  qui dépend de la déformation plastique courante  $\varepsilon_{eq}^p$  telle que :

$$A = \frac{f_{n0}}{S_{n0}\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{1}{2} \left(\frac{\varepsilon_{eq}^p - \varepsilon_{n0}}{S_{n0}}\right)^2\right) \quad (14)$$

avec les définitions suivantes :

- $f_{n0}$  : la fraction volumique maximale des cavités nucléés.
- $\varepsilon_{n0}$  : la valeur moyenne de la déformation à laquelle apparaît la porosité
- $S_{n0}$  : l'écart type de la déformation à laquelle apparaît la porosité

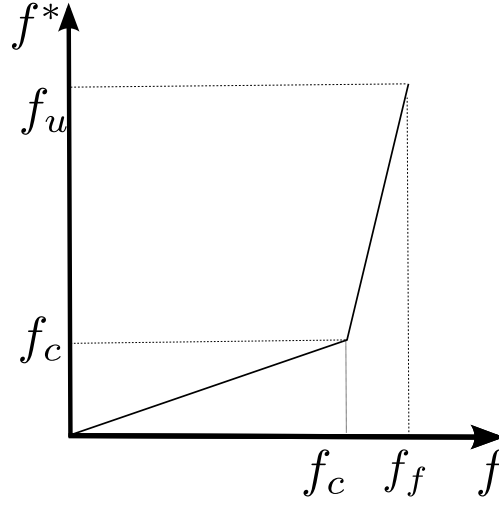
Ils considèrent que la croissance des cavités  $f_g$  est seule responsable de la dilatation du matériau, tel que :

$$\dot{f}_g = (1 - f) \dot{\varepsilon}_{kk}^p \quad (15)$$

$\dot{\varepsilon}_{kk}^p$  étant la trace de la vitesse de déformation plastique. La porosité effective dans le matériau se calcule alors par :

$$\dot{f} = \dot{f}_n + \dot{f}_g \quad (16)$$

En 1984 Tvergaard et Needleman [152] introduisent la fonction  $f^*$  pour prendre en compte



**Figure A.2** – Représentation de la fonction  $f^*$  en fonction de  $f$

la coalescence des cavités. La fonction d'écoulement s'écrit alors :

$$\Phi_G(\Sigma_H, \Sigma_{eq}, f^*) = \frac{\Sigma_{eq}^2}{\sigma_0^2} + 2q_1 f^* \cosh\left(\frac{3q_2}{2} \frac{\Sigma_H}{\sigma_0}\right) - (1 + q_3 f^{*2}) = 0, \quad (17)$$

Où  $f^*$  est défini comme :

$$f^* = \begin{cases} f & , \quad f \leq \delta_c \\ f_c + \delta(f - f_c) & , \quad f > \delta_c \end{cases} \quad (18)$$

$f_c$  est la porosité critique à laquelle débute la coalescence. Et  $\delta$  est un paramètre ajustable qui représente la vitesse de coalescence, il s'écrit :

$$\delta = \frac{f_u - f_c}{f_f - f_c} \quad (19)$$

ou  $f_u$  est la porosité effective à rupture et  $f_f$  la porosité à rupture. La figure A.2 montre comment évolue  $f^*$  en fonction de  $f$ .

Le modèle d'endommagement ainsi obtenu est le plus connu et est appelé modèle GTN.

## 10 Effet de forme des cavités sur l'endommagement

Les cavités que l'on observe dans les matériaux réels ne sont jamais parfaitement sphériques, plusieurs auteurs [85, 95, 143] ont étudié l'effet du facteur de forme des vides sur l'évolution de l'endommagement et ont mis en évidence la nécessité de proposer un modèle adapté. Un modèle

corrigé est proposé par Gologanu et al. [57] considérant un vide de forme ellipsoïdale au lieu de la sphère de Gurson [60]. Il est important de noter que ce modèle est adapté pour des matériaux dont l'endommagement s'effectue de manière anisotrope. La forme ellipsoïdale de la cavité de Gologanu modélise un matériau dont les cavités sont orientées en moyenne dans une direction donnée. La microstructure est en général à l'origine de cette anisotropie, en effet l'orientation préférentielle des inclusions de seconde phase, l'orientation des grains, peuvent favoriser la propagation de l'endommagement dans des directions privilégiées. Par ailleurs, Khdir et al. [84] se sont aussi intéressés à l'influence de la la forme des cavités mais cette fois dans le cas où les orientations des cavités sont aléatoires dans l'espace. Des modélisations numériques sur des volumes élémentaires représentatifs contenant des vides orientés aléatoirement avec des formes diverses ont montré qu'ils étaient équivalents à des volumes élémentaires contenant des cavités sphériques.

### Annexe 3 : Elément de bibliographie sur l'endommagement des matériaux ductiles

---

---

## Annexe 4 : Homogénéisation en mécanique des milieux continus

L'homogénéisation consiste à remplacer un milieu hétérogène par un milieu homogène équivalent ayant le même comportement macroscopique. Il s'agit de définir un milieu correspondant au milieu hétérogène en tenant compte de ces principaux constituants. Un matériau hétérogène se définit comme un milieu constitué d'inclusions noyées dans une matrice. Lorsqu'ils sont soumis aux mêmes sollicitations, le milieu homogène équivalent doit avoir la même réponse macroscopique que le milieu hétérogène.

### 11 Homogénéisation numérique dans la littérature

L'atout principal des méthodes numériques est de pouvoir procéder à des calculs d'homogénéisation sur des microstructures très complexes. C'est-à-dire des microstructures contenant des particules à géométrie variable et un agencement complexe dans l'espace. On peut estimer les propriétés macroscopiques d'un matériau en effectuant plusieurs calculs sur plusieurs réalisations de la microstructure. Le cas bidimensionnels de fibres noyées dans une matrice sont les plus répandues [168]. On peut aussi noter le cas de matériaux cimentaires poreux [63], [165].

L'utilisation d'images tridimensionnelles, obtenues par tomographie, est un moyen de procéder. Ils permettent d'extraire la morphologie exacte des phases qui peuvent être introduites dans un modèle éléments finis [28, 102].

On peut également chercher à s'approcher avec précision de la morphologie réelle de la microstructure en se basant sur des observations expérimentales. On peut citer les travaux de Jean et al. [77, 91, 92] qui ont pu reconstruire des particules de noir de carbone en se basant

sur des statistiques obtenues par images MET.

Dans le cas des polycristaux on cherche généralement à se rapprocher le plus possible des microstructures réelles en utilisant les polygones de Voronoi [37, 54, 115].

Dans tous les cas la description de la microstructure doit être la plus riche que possible pour estimer les propriétés macroscopiques. Ces propriétés sont obtenues en moyennant les champs locaux sur un volume élémentaire représentatif. La taille du VER n'est *a priori* pas connue, elle est toujours définie à partir d'une grandeur dont on cherche la représentativité statistique [83] vis à vis du nombre de réalisations de la microstructure. Les temps de calculs sont les principales barrières à l'utilisation des méthodes numériques.

## 12 Les conditions aux limites dans les méthodes numériques

### 12.1 Elasticité

En mécanique linéaire, on peut relier le tenseur des déformations macroscopiques au tenseur des contraintes macroscopiques par la relation :

$$\underline{\underline{\Sigma}} = \underline{\underline{C}} : \underline{\underline{E}} \quad (1)$$

ou  $\underline{\underline{C}}$  est le tenseur d'ordre 4 d'élasticité.

Selon que l'on impose soit les contraintes (conditions aux limites en statique) ou les déformations (conditions aux limites en cinématique) il est toujours possible de remonter aux coefficients du tenseur d'élasticité en résolvant les équations du système.

Dans le cas de conditions aux limites en cinématiques, on impose un champ de déplacement  $\mathbf{u}$  sur les bords  $\partial\Omega$  du domaine  $\Omega$  que l'on peut exprimer à partir du tenseur des déformations macroscopiques obtenu en faisant la moyenne volumique du tenseur des déformations locales.

Ensuite le tenseur des contraintes macroscopiques  $\underline{\underline{\Sigma}}$  est obtenu en faisant la moyenne volumique des champs de contraintes locaux  $\underline{\underline{\sigma}}(\mathbf{x})$ .

Dans le cas des conditions aux limites en statique on impose un champs de contrainte  $\underline{\underline{\sigma}} \cdot \underline{n}$  sur les bords  $\partial\Omega$  du domaine  $\Omega$  que l'on peut exprimer à partir du tenseur des contraintes

macroscopiques obtenu en faisant la moyenne volumique du tenseur des contraintes locales.

$$\begin{cases} \underline{\underline{\sigma}} \cdot \underline{n} = \underline{\underline{\Sigma}} \cdot \underline{n} \\ \underline{\underline{\Sigma}} = \frac{1}{\Omega} \int_{\Omega} \underline{\underline{\sigma}}(\mathbf{x}) d\Omega \end{cases} \quad (2)$$

Le tenseur des déformations macroscopique  $\underline{\underline{E}}$  est alors obtenu en faisant la moyenne volumique des champs locaux :

$$\underline{\underline{E}} = \langle \underline{\underline{\varepsilon}}(\mathbf{x}) \rangle = \frac{1}{\Omega} \int_{\Omega} \underline{\underline{\varepsilon}}(\mathbf{x}) d\Omega \quad (3)$$

Par ailleurs, dans le cas de matériaux dont la microstructure est répétitive dans l'espace, il existe les conditions aux limites de type périodique. Dans ce cas, le vecteur de déplacement  $\mathbf{u}$  prend aussi en compte une fluctuation périodique  $\mathbf{v}$ . Les fluctuations périodiques introduisent le fait que deux points situés sur des faces opposées de  $\partial\Omega$  prennent la même valeur.

$$\begin{cases} \underline{u} = \underline{\underline{E}} \cdot \mathbf{x} + \underline{v} \\ \underline{\underline{E}} = \frac{1}{\Omega} \int_{\Omega} \underline{\underline{\varepsilon}} d\Omega \end{cases} \quad (4)$$

Les tenseurs macroscopiques s'écrivent alors comme précédemment :

$$\begin{aligned} \underline{\underline{E}} &= \langle \underline{\underline{\varepsilon}}(\mathbf{x}) \rangle \\ \underline{\underline{\Sigma}} &= \langle \underline{\underline{\sigma}}(\mathbf{x}) \rangle \end{aligned} \quad (5)$$

### 12.2 Plasticité

Quand le matériau est isotrope et supposé obéir au critère de von Mises, on cherche à déterminer la contrainte et la déformation équivalente par :

$$E_{eq} = \sqrt{\frac{2}{3} \underline{\underline{E}}_D : \underline{\underline{E}}_D} \quad (6)$$

et :

$$\underline{\underline{\Sigma}} = \sqrt{\frac{3}{2} \underline{\underline{\Sigma}}_D : \underline{\underline{\Sigma}}_D} \quad (7)$$

La loi de comportement non linéaire est alors supposée être l'évolution de la contrainte équivalente en fonction de la déformation équivalente. On utilisera ce schéma dans l'ensemble de nos travaux.



## 13 Homogénéisation analytiques dans la littérature

Les méthodes analytiques d'homogénéisation donnent des résultats moins précis que les méthodes numériques mais sont beaucoup plus rapides et simples à mettre en oeuvre. La limitation majeure de ces techniques est la difficulté de prendre en compte des microstructures très complexes mais aussi de proposer des solutions en non linéaire.

Les premières théories d'homogénéisation sont basées sur des développements asymptotiques de la contrainte et de la déformation [20] [134] [117].

Par ailleurs les bornes encadrent les propriétés d'un matériau hétérogène. Les premières sont les bornes du premier ordre, ils ne prennent en compte que les fractions volumiques des phases. Ce sont les bornes de Voigt et de Reuss [158], [125].

Les bornes du premier ordre sont limitées quant à la finesse de la description des échelles. Les bornes du second ordre [64], [88], [163], [68] prennent en compte la répartition spatiale des inclusions. Les bornes de Hashin et Shtrikman sont obtenues à l'aide de la solution d'Eshelby [44].

Les bornes du troisième ordre prennent en compte, en plus des considérations des bornes du premier et du second ordre, des informations sur la morphologie des phases [151] [78].

## 14 Estimation des propriétés en élasticité linéaire

On présente ici une liste non exhaustive des différentes approches d'estimation des propriétés mécaniques pour des matériaux à particules.

Smallwood [141] utilise l'approche d'Einstein [43] pour estimer le module d'Young d'un matériau contenant des particules sphériques et isolées. Soit  $f$  la fraction volumique des particules rigides et  $E_M$  le module d'Young de la matrice, Smallwood estime le module d'Young de l'ensemble par :

$$E_S = E_M(1 + 2.5f) \quad (8)$$

Etant donné que le modèle de Smallwood considère les particules isolées, il est moins performant pour des matériaux avec un fort taux de particules. Guth et Gold [61, 62] prennent en compte

l'interaction entre les particules en rajoutant au modèle de Smallwood un terme quadratique :

$$E_{GG} = E_M(1 + 2.5f + 14.1f^2) \quad (9)$$

Budiansky [25] introduit une estimation auto-cohérente du module d'Young d'un matériau constitué d'une matrice incompressible :

$$E_B = \frac{E_M}{1 - 2.5f} \quad (10)$$

Toujours dans le cas de matériaux hétérogènes contenant des particules sphériques isolées et aléatoirement réparties dans le volume Mori et Tanakka [110] proposent pour la première fois une estimation des modules de compressibilité ( $K_{MT}$ ) et de cisaillement ( $G_{MT}$ ) :

$$\begin{cases} K_{MT} = K_M + \frac{fK_M(K_P - K_M)}{\frac{3K_M(1-f)(K_P - K_M)}{3K_M + 4G_M} + K_M} \\ G_{MT} = G_M + \frac{fG_M(G_P - G_M)}{(1-f)(G_P - G_M)\frac{6(K_M + 2G_M)}{5(3K_M + 4G_M)} + G_M} \end{cases} \quad (11)$$

### 14.1 Estimation par bornes du premier ordre

Dans la littérature les premières bornes du premier ordre connues sont celles de Reuss et Voigt. Voigt [158] et Reuss [125] proposent des solutions par principe variationnel du problème d'un composite à une phase. Les phases sont supposées aléatoirement réparties dans le volume.

Voigt [158] fait l'hypothèse que les déformations sont constantes dans le volume (borne supérieure). Il approxime le module de compressibilité et de cisaillement respectivement par :

$$\begin{cases} K_V &= (1-f)K_M + fK_P \\ G_V &= (1-f)G_M + fG_P \end{cases} \quad (12)$$

Reuss [125] fait l'hypothèse que les contraintes sont uniformes dans le volume (borne inférieure).

Il approxime le module de compressibilité et de cisaillement par :

$$\begin{cases} \frac{1}{K_R} = (1-f)\frac{1}{K_M} + f\frac{1}{K_P} \\ \frac{1}{G_R} = (1-f)\frac{1}{G_M} + f\frac{1}{G_P} \end{cases} \quad (13)$$

## 14.2 Estimation par bornes du second ordre

Hashhin et Shtrikman [64] écrivent des bornes plus resserrées que les bornes de Voigt et Reuss. Ils considèrent aussi que les inclusions sont réparties de façon isotrope dans le volume. Ces bornes sont valables pour l'estimation de propriétés pour des études tridimensionnelles.

$$G_{HS}^- = G_M + \frac{f}{\frac{1}{G_P - G_M} + \frac{2(K_M + 2G_M)(1-f)}{5G_M(K_M + 4/3G_M)}} \quad (14)$$

$$G_{HS}^+ = G_P + \frac{1-f}{\frac{1}{G_M - G_P} + \frac{2(K_P + 2G_P)f}{5G_P(K_P + 4/3G_P)}}$$

$$K_{HS}^- = \frac{1}{\frac{f}{K_P + 4/3G_P} + \frac{1-f}{K_M + 4/3G_P}} - 4/3G_P \quad (15)$$

$$K_{HS}^+ = \frac{1}{\frac{f}{K_P + 4/3\frac{1}{G_P}} + \frac{1-f}{K_M - 4/3\frac{1}{G_P}}} - 4/3\frac{1}{G_P}$$

En utilisant ces expressions on peut calculer un encadrement du module d'Young :

$$E_{HS}^- = E_M \frac{3E_M + 2E_P + 3f(E_P - E_M)}{3E_M + 2E_P - 2f(E_P - E_M)} \quad (16)$$

$$E_{HS}^+ = E_P \frac{5E_M + 2E_P + 3f(E_P - E_M)}{5E_M - 2f(E_P - E_M)}$$

$$E_{HS}^- \leq E^{eff} \leq E_{HS}^+ \quad (17)$$

## 15 Estimation des propriétés en non linéaire : plasticité

Les modèles de Sachs [52] et de Taylor [51] et leurs extensions [74, 75, 99] ont été pendant très longtemps les seuls outils théoriques d'études du comportement en non linéaire (appliqué à des polycristaux). Ils sont en effet une généralisation des bornes de Voigt et Reuss à des cas non linéaires. De ce fait leur utilisation conduit souvent à des approximations grossières car ne prenant pas en compte les phénomènes de localisation.

L'un des premiers modèles qui tente de prendre en compte les interactions à l'échelle locale dans la détermination du comportement plastique macroscopique est celui de Kröner [87] et repris par Wu [10]. Il s'agit d'estimer le comportement effectif en faisant l'hypothèse qu'un grain de polycristal se comporte comme une inclusion dans une matrice infinie. Par construction ce modèle ne prend pas en compte l'accommodation plastique entre les grains. Ce problème est résolu par le modèle de Hill [69].

Dans le cas de composites à matrice elasto - plastique contenant des inclusions sphériques élastiques on peut citer le modèle de Mori et Tanaka [124, 146]. Ils traitent aussi le cas beaucoup plus complexe, où l'inclusion a un comportement non-linéaire [162]. Cette approche est aussi considérée par Hutchinson [72]. Une limite majeure de ces approches est que les champs sont supposés homogènes dans l'inclusion alors qu'en réalité le comportement non linéaire accentue les phénomènes de localisation. Des solutions élastiques prenant en compte les hétérogénéités sont déjà inexistants ce qui limite fortement le développement de modèle analytique en non linéaires.

L'avènement des méthodes numériques, notamment des méthodes éléments finis a donné un vrai coup de pouce à l'estimation des propriétés macroscopiques elasto-plastique des matériaux hétérogènes. La robustesse des techniques d'imagerie associée à la grande performance des algorithmes de calcul permet aujourd'hui de faire des calculs sur des microstructures très complexes. En non linéaire les méthodes d'homogénéisation numériques par éléments finis sont aujourd'hui privilégiées.

### Résumé

Cette thèse s'intéresse aux mécanismes de déformations et d'endommagement dans les alliages de coulée pour l'industrie automobile. Les études ont porté sur un alliage modèle contenant 12% de silicium et des éléments d'addition. Il a été fabriqué par le procédé squeeze-casting (coulée sous haute pression) au LKR de l'Université Technologique de Vienne avec laquelle cette thèse s'est déroulée en collaboration. Des essais de traction *in situ* dans le MEB ainsi que sous tomographie aux rayons X ont permis de suivre l'évolution des microstructures pendant le chargement. Une attention particulière a été portée sur les mécanismes d'initiation et de propagation de l'endommagement. Par ailleurs la technique de la corrélation d'images numérique 2D spécialement développée pour être appliquée à des images MEB a été utilisée pour mesurer les mécanismes d'endommagement à l'échelle des inclusions. Une attention particulière est portée sur les mécanismes de localisation de la déformation. La corrélation d'images numériques 3D appliquée aux images tomographiques a permis une mesure précise de l'évolution de l'endommagement au cours du chargement. Les données expérimentales obtenues ont permis d'adapter un modèle d'endommagement de type GTN. Une dernière étape s'est consacrée à une modélisation micro mécanique des microstructures. Des méthodes de caractérisations basées sur des hypothèses statistiques ont permis de mesurer et d'identifier des paramètres microstructuraux. Au regard des mécanismes de déformations et de la morphologie des particules de seconde phases, des microstructures modèles sont proposées pour simuler le comportement du matériau réel. Cette démarche servant essentiellement à simplifier les modèles éléments finis afin de gagner en temps de calcul, elle sert aussi à insérer des mécanismes complexes afin de se rapprocher le plus possible du comportement réel du matériau.

### Abstract

This thesis focuses on the mechanisms of deformation and damage in cast aluminum alloys for automotive industry. Studies were carried on a model alloy containing 12% silicon and added element like iron and nickel. The material was prepared by squeeze-casting process at the Vienna University of Technology in Austria with which this thesis was held in collaboration. *In situ* tensile test with X-rays tomographic observations as well as with Scanning Electron Microscope observations were performed. They allowed following microstructure evolution under mechanical loading. Particular attention was paid to the mechanisms of initiation and propagation of damage. Furthermore the technic of Digital Image Correlation (DIC) developed to be applied to SEM images was used to visualize 2D strain localization mechanisms at second phases particles scale. DIC were also applied on tomographic images and allowed to measure accurately in 3D damage evolution under loading. Experimental data obtained from DIC were used to identify parameters of a Gurson Tvergaard Needleman model and allow to simulate by Finite Element Modeling the damage evolution. At last stages micro mechanical studies were performed by FEM using microstructure obtained from tomographic images. Algorithms were developed to measure and identify statistics parameters of the microstructure. In consideration of the mechanism of deformations and second phase particles morphology, generated microstructures are proposed to simulate the behavior of the material. This approach aims to simplify the FEM models by reducing the number of degree of Freedom and, then reduce computation time. It also enables to insert complex mechanisms in the model to be as close as possible the actual behavior of the material.